

VŠB- Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

Mikrostruktura oceli P92 po různém tepelném zpracování

Microstructure of P92 Steel after Various Heat Treatment

Student:

Kateřina Kolderová

Vedoucí bakalářské práce:

doc. Ing. Petr Mohyla, Ph.D.

OSTRAVA 2017

## Zadání bakalářské práce

Student: **Kateřina Kolderová**  
Studijní program: B2341 Strojírenství  
Studijní obor: 2303R002 Strojírenská technologie  
Téma: Mikrostruktura oceli P92 po různém tepelném zpracování  
Microstructure of P92 Steel after Various Heat Treatment  
Jazyk vypracování: čeština

### Zásady pro vypracování:

1. Zpracujte studii 9 až 12 % Cr Martenzitických ocelí.
2. Popište metalografické metody pro studium mikrostruktur.
3. Popište způsoby tepelného zpracování oceli P92.
4. Proveďte přípravu vzorků oceli P92.
5. Proveďte metalografickou analýzu na připravených vzorcích.
6. Vyhodnoťte dosažené výsledky.

### Seznam doporučené odborné literatury:

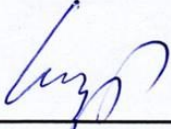
KOUKAL, J. a kol. *Svařitelnost a vlastnosti svarových spojů 9%Cr modifikovaných žárupevných ocelí*. 1. vyd. Ostrava: VŠB – TUO, 2011. 92 s. ISBN 978-80-248-2474-1  
PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu I*. 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2001. 505s. ISBN 80-7204-193-2  
JONŠTA, P., HRUBÝ, V., SILBERNAGEL, A. *Praktická metalografie*. Ostrava: Kovosil, 2008. ISBN 978-80-903694-3-6.  
*The T92/P92 Book*. Boulogne: Vallourec – Mannesmann Tubes, 2000. 68 s.

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí bakalářské práce: **doc. Ing. Petr Mohyla, Ph.D.**

Datum zadání: 09.12.2016

Datum odevzdání: 15.05.2017

  
Ing. Lucie Krejčí, Ph.D.  
vedoucí katedry




  
doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.  
děkan fakulty

## Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracovala samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.


V Ostravě

  
-----  
**Podpis studenta**

### Prohlašuji, že

- byla jsem seznámena s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č.121/2000Sb- autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- беру на ве́домі, že Vysoká škola báňská - Technická universita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB – TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO , která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́домі, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě 15. 5. 2017

  
-----  
podpis

Jméno a příjmení autora práce: Kateřina Kolderová

Adresa trvalého pobytu autora práce: Višňová 140/29, Vratimov 739 32



## **ANOTACE BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

Kolderová, Mikrostruktura oceli P92 po různém tepelném zpracování. Ostrava: katedra mechanické technologie, Fakulta strojní VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2017, 56 s, Bakalářská práce, vedoucí: doc. Ing. Petr Mohyla, Ph.D.

Bakalářská práce se zabývá studií 9 až 12% Cr martenzitických ocelí, popisem metalografických metod a popisem tepelného zpracování oceli P92. V experimentální části byla provedena příprava vzorků oceli P92. Byla provedena metalografická analýza a měření tvrdosti na připravených vzorcích. Práce obsahuje vyhodnocení a srovnání dosažených výsledků.

### **KLÍČOVÁ SLOVA:**

Mikrostruktura; 9- 12% Cr oceli; tepelné zpracování oceli P92; metalografická analýza

## **ANNOTATION OF BACHELOR WORK**

Kolderova, Microstructure of P92 Steel after Various Heat Treatment. Ostrava: Department of mechanical technology, Faculty of Mechanical Engineering VŠB – Technical University of Ostrava, 2017, 56 p, Bachelor work, supervisor: doc. Ing. Petr Mohyla, Ph.D.

Bachelor thesis deals with studies of 9-12% Cr Martensitic steels, description of metallographic methods and description of heat treatment of steel P92. The sample preparation of steel P92 was carried out in the experimental part. Metallographic analysis and hardness measurement of the prepared samples were done. This work includes evaluation and comparison of the achieved results.

### **KEYWORDS:**

Microstructure; 9-12% Cr steel; Heat treatment of steel P92; Metallographic analysis

## Obsah

Seznam použitých značek a symbolů.....	6
1 Úvod .....	7
2 Vývoj 9–12% Cr oceli .....	8
3 Vliv chemického složení na vlastnosti 9–12% Cr ocelí .....	9
4 Modifikované 9-12% Cr oceli.....	12
4.1 Charakteristika 9–12% Cr oceli: .....	12
4.2 Mikrostruktura 9–12% Cr oceli: .....	13
4.3 Charakteristika oceli P92:.....	14
4.4 Mechanické vlastnosti oceli P92:.....	14
5 Metalografické metody .....	16
5.1 Střední vzájemná vzdálenost částic (precipitátu).....	16
5.2 Celkové změny mikrostruktury .....	17
6 Světelná mikroskopie .....	18
6.1 Světelný mikroskop .....	18
6.2 Metody pozorování vzorků .....	20
6.3 Příprava vzorků.....	21
7 Elektronová mikroskopie .....	23
7.1 Prozařovací elektronový mikroskop (TEM).....	23
7.1.1 Příprava vzorků pro prozařovací elektronový mikroskop .....	26
7.2 Řádkovací elektronový mikroskop.....	27
7.2.1 Příprava vzorků pro řádkovací elektronový mikroskop .....	29
7.2.2 Způsoby tepelného zpracování oceli P92.....	30
7.3 Austenitizace.....	30
7.4 Popouštění.....	30
7.5 Žíhání na měkko .....	31
8 Kalení.....	31
9 Experimentální část.....	33
9.1 Příprava vzorků.....	33
9.2 Analýza vzorků pod optickým mikroskopem .....	36
9.3 Chemická analýza vzorků .....	48
9.4 Zkoušky tvrdosti .....	49
10 Shrnutí dosažených výsledků: .....	51
11 Závěr .....	52

## Seznam použitých značek a symbolů

Symbol	Název	Jednotka
$A_{C1}$	Překrystalizační teplota	°C
ARA	Anizotermický rozpad austenitu	-
FEG	Autoemisní tryska	-
HV	Tvrdost podle Vickerse	-
KCV	Vrubová houževnatost	[J/cm <sup>2</sup> ]
KV	Nárazová práce	[J]
$M_f$	Martenzit finiš	-
$M_s$	Martenzit start	-
ppm	Piece per milion, 1 miliontina z celku	-
$R_{mT/10^5/600^\circ C}$	Mez pevnosti při tečení za dobu 10 <sup>5</sup> h při teplotě 600 °C	[MPa]
SEM	Řádkovací elektronový mikroskop	-
TEM	Prozařovací elektronový mikroskop	-
USC	Ultra super kritické	-
VN	Nitrid vanadu	-
$\gamma$	Austenit	-
$\delta$	Ferit delta	-
$\epsilon$	Karbid železa (přechodový)	-

## 1 Úvod

V dnešní době představují hlavní zdroj elektrické energie tepelné elektrárny. Je tedy kladen důraz na zvyšování jejich účinnosti. Toho lze dosáhnout cestou zvyšování teploty nebo tlaku páry. Teplota vstupní páry se dnes pohybuje okolo 540 - 565°C, kdežto novější zařízení budou muset pracovat s teplotou páry přes 600 °C a tlakem páry přes 26 MPa. Účinnost tak stoupne z dnešních 35 % až na 42 – 43 %. Stále se průběžně vyvíjejí progresivní oceli odolné vůči korozi a tečení. Vysoká úroveň žárupevnosti ve spojení s vyhovujícími plastickými vlastnostmi oceli a dobrou korozivzdorností jsou hlavními požadavky na progresivní 9-12% Cr oceli [2, 7]. K modifikované oceli patří právě ocel P92, která byla k dispozici jako experimentální materiál k této bakalářské práci.

Teoretická část práce obsahuje kapitoly, které jsou zaměřeny na vývoj martenzitických ocelí, vliv chemického složení na vlastnosti 9-12% Cr oceli. Dále jsou zde popsány modifikované 9 – 12% Cr oceli a metalografické metody, jako je světelná a elektronová mikroskopie. Poslední teoretická kapitola je zaměřena na tepelné zpracování oceli P92. Experimentální část práce obsahuje popis přípravy vzorků, dále popis provedené mikrostrukturní analýzy a zkoušek tvrdosti podle Vickerse.



### 2 Vývoj 9–12% Cr oceli

V padesátých letech minulého století se používala martenzitická žárupevná ocel X20CrMoV12-1 (ČSN 41 7134). Z prvků, které obsahuje původní martenzitická žárupevná ocel X20CrMoV12-1 se vycházelo pro vývoj nových martenzitických žárupevných ocelí [2, 3, 5].

V osmdesátých letech minulého století byla vyvinuta v USA ocel, která splňuje standartní úroveň meze pevnosti při tečení  $R_{mT/10^5/600^\circ\text{C}} = 100 \text{ MPa}$ . Tato ocel se nazývá X10CrMoVNb9-1 nebo ve zkratce označovaná také jako ocel P (T) 91 [2, 3, 5].

Chemické složení oceli X20CrMoV12-1 bylo upravováno snížením obsahu uhlíku a dolegováním mikrolegur niobu, boru a dusíku, případně dolegováním 1 – 2 % wolframu. Na zpevnění tuhého roztoku a zlepšení žárupevnosti 9-12% Cr ocelí wolframem se zaměřily výzkumné práce v Japonsku. Pro sledování vlivu molybdenu a wolframu na žárupevné vlastnosti byla vyvinuta ocel typu 0,05C-9Cr-0,2V-0,05Nb-0,005B. Kombinací 1,8 hm% W a 0,5 hm% Mo bylo dosaženo vysoké úrovně meze pevnosti při tečení. Mez pevnosti při tečení (při  $600^\circ\text{C}/10^5$  hodin) by mohla být na úrovni 132 MPa. Proto byla vyvinuta ocel Nf616, také označována jako ocel P92. Výborná žárupevnost P92 byla prezentována na základě jejich krátkodobých výsledků zkoušek tečení. Mez pevnosti při tečení  $600^\circ\text{C}$  za  $10^5$  hodin se z posledních odhadů pohybuje mezi 110 až 120 MPa [2, 3, 5].

## 3 Vliv chemického složení na vlastností 9–12% Cr ocelí

### **Uhlík (C):**

Vyskytuje se ve všech ocelích a ovlivňuje jejich pevnost a svařitelnost. Se zvyšujícím se obsahem uhlíku roste pevnost oceli, ale její svařitelnost se zhoršuje. Při obsahu uhlíku vyšším než 0,25 hm% je nutný předehřev, dohřev a tepelné zpracování pro zabránění vzniku studených trhlin. Obsah uhlíku v oceli P92 se pohybuje v rozmezí 0,07 – 0,13 hm%. Dolegování dusíkem je kompenzací za snížení obsahu uhlíku [3, 5].

### **Chrom (Cr):**

V 9% Cr ocelích je nejdůležitější přísadou. Zvyšuje prokalitelnost ocele. Je silně feritotvorný. Martenzitické struktury už lze dosáhnout chladnutím na vzduchu. Karbid chromu  $M_{23}C_6$  vznikající při popouštění, je nejstabilnější a nejdůležitější pro dosažení správných mechanických vlastností oceli. Na korozní odolnost má vliv až do teploty 700 °C [5].

### **Wolfram (W):**

Dolegovává se při zvýšených teplotách na zpevnění tuhého roztoku do 9% Cr ocelí. Je to feritotvorný prvek stabilizující  $\delta$ -ferit. Na konci 80. let byla vyvinuta ocel s obsahem wolframu v Japonsku. Hlavním důvodem bylo, že při zvýšených teplotách přispívá wolfram ke zpevnění matrice výrazněji než Mo. V práci [5] se uvádí, že podle prvních výzkumů 1,8 hm% W zvyšuje creepovou pevnost oceli oproti ocelím bez W o cca 30 % při malém snížení KCV způsobeným výskytem hrubých Lavesových fází. Při obsahu 4 hm% W se ve struktuře nachází už asi 10 %  $\delta$ -feritu [5].

### **Molybden (Mo):**

Je dalším feritotvorným prvkem, který se v 9% Cr oceli dolegovává kvůli zpevnění roztoku. Současným snížením obsahu C se Mo přidával do oceli až do obsahu 3 hm%. Výslednou strukturou pak bylo až cca 10%  $\delta$ -feritu při 3 hm% obsahu Mo. Vysoký obsah Mo na creepovou pevnost moc nepřispíval [3, 5].

### **Mangan (Mn):**

Patří mezi dezoxidační prvky. Přispívá k tvorbě austenitu. Nezvyšuje tolik pevnost a tvrdost jako nikl. Součet manganu a niklu do 1,5% je dostatečný pro zabránění poklesu teploty  $A_{C1}$  pod 770 °C. Nezpůsobuje snížení plasticity, i když zvyšuje mez kluzu a mez pevnosti. Mangan v oceli P92 se pohybuje v rozsahu 0,30 až 0,6 hm%. Za tvorby MnS se na mangan váže síra [3, 5].

### **Vanad (V):**

S dusíkem vytváří karbonitrid typu V (C, N), ale také nitrid vanadu VN. Vanadu se klade stále větší význam z hlediska dosažení optimálních creepových vlastností. V precipitačním zpevnění 9% Cr oceli hraje Vanad významnou roli. Podle literatury [5] vytváří velmi malé disperzně rozložené VN precipitáty, které jsou mimořádně efektivní při blokování pohybu dislokací. Nitridy vanadu se vylučují při teplotách popouštění 750 až 760°C [5].

### **Niob (Nb):**

Tvoří částice typu NbX, kde Uhlík a Dusík vyjadřuje X. Při velmi vysokých teplotách se tyto částice rozpouštějí. Teploty jsou vyšší než teploty austenitizace, proto jsou rozpouštěny jen částečně. Niob je také součástí precipitátu MX. Niob nepřispívá ke zpevnění tuhého roztoku[5].

### **Dusík (N):**

Je austenitotvorný prvek podobně jako uhlík. Vyskytuje se v železe a jeho slitinách v určitém množství. Rozpustnost dusíku je max. při 1600°C 0,04 hm%. V uhlíkové oceli způsobuje rozšíření pole  $\gamma$ . Na vlastnosti oceli má podstatný vliv vznik nitridů. Zvyšuje se mez kluzu, pevnost a tvrdost. Snižují se plastické vlastnosti, tažnost, vrubová houževnatost. Vylučování nitridů v úzkém pásmu v okolí svaru může při nižších teplotách vést k porušení konstrukce [3].

### **Křemík (Si):**

Má vliv na vznik  $\delta$ -feritu a zvyšuje jeho pevnost u nelegovaných uhlíkových ocelí. Kolem zrn  $\delta$ -feritu vzniká karbidická fáze. Karbidická fáze je hrubozrnější než sekundární fáze vznikající v matici.

V práci [5] se uvádí, že se stoupajícím obsahem Si roste termodynamická pravděpodobnost vzniku Lavesovy fáze. Dále se zde uvádí, že precipitace hrubé Lavesovy fáze snižuje KCV

a zvyšuje tranzitní teplotu materiálu s obsahem 0,67 % Si již po 10 hodinách žhání na teplotě 600 °C [3, 5].

### **Nikl (Ni):**

Je to prvek, který je silně austenitotvorný. Snižuje teploty přeměn  $A_{C1}$  a  $M_s$ . Zvýšením prokalitelnosti zvyšuje pevnostní charakteristiky. Zpevňuje v ocelích tuhý roztok a zvyšuje i tvrdost martenzitu. Na stabilitu karbidické fáze má Ni negativní vliv z hlediska žárupevnosti [5].

### **Bor (B):**

První zmínky o bóru v 9% Cr ocelích byly zaznamenány koncem 80-tých let. Na hranicích austenitických zrn je bór po normalizaci vysegregovaný. Může nahradit až 50 % C, při přerozdělení mezi matrici a vznikající karbidy  $M_{23}C_6$  [5].

### **Hliník (Al):**

Hliník je používán jako dezoxidovadlo při procesu výroby oceli. Přítomnost hliníku v oceli může snížit hodnoty meze pevnosti při tečení až o 40 %. Podstatou negativního působení hliníku spočívá v teplotách precipitace nitridů a karbonitridů v oceli po dobu jejího chlazení z teplot likvidu na vlastnosti oceli a na creepové vlastnosti. Nitridy a karbonitridy po dobu ochlazování hlavně na hranicích  $\gamma$  zrna výrazně ovlivňují při pokojových, ale i při zvýšených teplotách mechanické vlastnosti oceli. Při zvýšeném obsahu hliníku může dojít k ovlivnění precipitace primárních AlN na úkor vzniku Nb (C, N) a obzvláště VN [5].

### **Síra, fosfor (S, P):**

Aby bylo dosaženo vysokých plastických, a pevnostních vlastností je důležité zajistit vysokou metalurgickou čistotu 9–12% Cr modifikovaných oceli. Nízký obsah fosforu a síry zajišťuje metalurgickou čistotu. Bohužel síra a fosfor také negativně ovlivňují svařitelnost 9–12% Cr ocelí. V literatuře [5] se píše, že v ocelích tohoto typu jsou obvykle pro dosažení vyhovujících plastických vlastností při teplotě okolí i při creepové expozici požadovány obsahy S – max. 0,01 hm% a P – max. 0,015 hm%. Obsah síry má vliv především při okolní teplotě na snížení plastických vlastností 9–12% Cr modifikovaných ocelí [5].



## 4 Modifikované 9-12% Cr oceli

### 4.1 Charakteristika 9–12% Cr oceli:

Pro konstrukci komponent tepelných elektráren s ultra super kritickými parametry páry jsou 9–12% Cr oceli považovány za perspektivní materiály. Pro tyto oceli je dobrý předpoklad, že by mohly být využívány ke konstrukci creepově namáhaných komponent až do pracovní teploty 650 °C.

V současnosti je vývoj zaměřen zejména na oceli, které by při teplotách 600 – 650 °C měly požadovanou úroveň meze pevnosti při tečení, ale také zvýšenou odolnost proti oxidaci ve vodní páře. Dalším požadavkem na tyto oceli je houževnatost. Ta by měla být ekvivalentní nebo lepší než u nízkolegovaných 1CrMoV oceli, také by měla mít dobré technologické vlastnosti a při dlouhodobé expozici při pracovních teplotách získává odolnost proti zkřehnutí [7].

Za modifikované 9-12% Cr martenzitické oceli můžeme označit ocel X20CrMoV 12-1 (17 134), X10CrMoVNb 9-1 (T/P91), X11CrMoWNb 9-1-1 (E911), X10CrWMoVNb 9-2 (T/P92), X12CrCoWNb12-2-2 (VM12), jejich složení obsahuje tabulka 1.

Tabulka 1.: Chemické složení modifikovaných 9–12% Cr martenzitických oceli.[13]

Prvky/ocel	17 134	P 91	E 911	VM 12	P 92
C(uhlík)	0,17 – 0,23	0,08 – 0,12	0,10 – 0,13	0,10 – 0,14	0,07 – 0,13
Cr (chrom)	10,6 – 12,5	8,00 – 9,5	8,5 – 9,5	11,00 – 12,00	8,5 – 9,5
W (wolfram)	0,30 – 0,60	-	0,90 – 1,10	1,30 – 1,70	1,5 – 2,0
Mo (molybden)	0,80 – 1,2	0,85 – 1,05	0,90 – 1,10	0,20 – 0,40	0,30 – 0,60
Mn (mangan)	0,50 – 1,00	0,30 – 0,60	0,30 – 0,60	0,15 – 0,45	0,30 – 0,60
V (vanad)	0,20 – 0,35	0,18 – 0,25	0,15 – 0,25	0,20 – 0,30	0,15 – 0,25
Nb (niob)	-	0,06 – 0,10	0,04 – 0,10	0,03 – 0,06	0,04 – 0,09
N (dusík)	-	0,03 – 0,07	0,05 – 0,08	0,03 – 0,07	0,03 – 0,07
Si (křemík)	0,25 – 0,60	0,20 – 0,50	0,10 – 0,30	max. 0,50	<0,5
Ni (nikl)	0,30 – 0,80	max. 0,50	0,20 – 0,40	0,10 – 0,40	max. 0,40
B (bór)	-	-	0,0005 – 0,005	0,003 – 0,006	

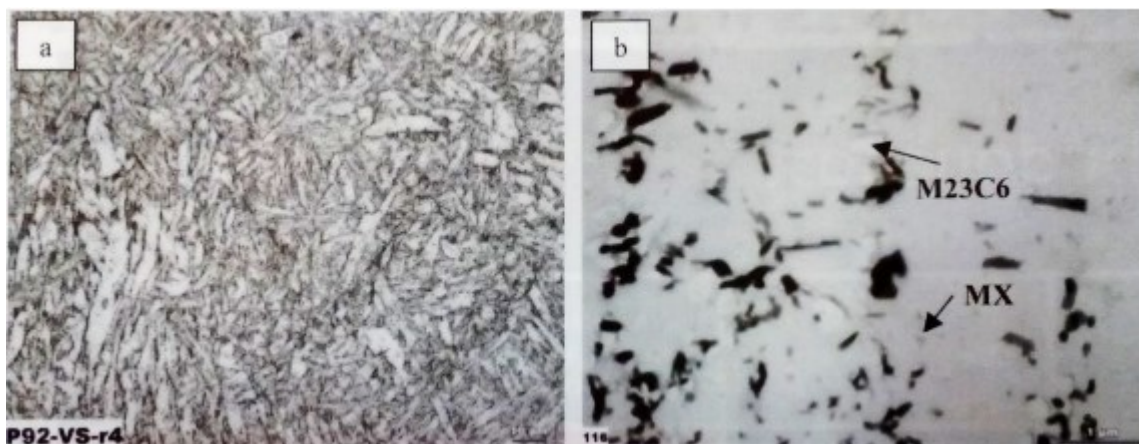
### 4.2 Mikrostruktura 9–12% Cr oceli:

Modifikované 9-12% Cr oceli bývají používány ve stavu normalizačně žíhaném a popuštěném nebo kaleném a popuštěném [5].

Posun křivek rozpadu austenitu v ARA (anizotermní rozpad austenitu) diagramu k dlouhým časům je vyvolaný vysokým obsahem chromu a přítomností dalších legujících prvků obsažených v 9–12% Cr ocelích. Při ochlazování na vzduchu jsou tyto oceli prokalitelné i v tlustých průřezích. Uvnitř původních austenitických zrn vzniká několik svazků rovnoběžných martenzitických latěk. Ty mohou být odděleny filmy zbytkového austenitu. Karbidy typu  $M_{23}C_6$  mají v 9-12% Cr ocelích důležitou roli ve vývoji mikrostruktury, přičemž tvoří většinový podíl částic minoritních fází. Ke změnám chemického složení  $M_{23}C_6$  dochází pozvolna v průběhu creepové expozice [5, 7].

Na obrázku 1 můžete vidět pod optickým mikroskopem mikrostrukturu oceli P92 s popuštěným martenzitem, kde na snímku (a) lze spatřit martenzitické jehličky a při větším zvětšení lze vidět již karbidy typu  $M_{23}C_6$  a precipitáty MX (snímek b).

Obr. 1: Mikrostruktura oceli P92 tvořená popuštěným martenzitem [14]



## 4.3 Charakteristika oceli P92:

Původní označení bylo podle výrobce Nippon Steel Corporation NF 616, podle ASTM se ocel NF 616 zavedla pod označením P92. Je to ocel feritická (1,75%W, 9%Cr, 0,5%Mo), ocel s řízeným obsahem bóru a dusíku dolegovaná niobem a vanadem. Aby se potlačila vazba bóru na dusík, je důležité malé množství dusíku, v rozsahu 0,03 až 0,07 hm,%. Malá rychlost hrubnutí částic  $M_{23}C_6$ , která souvisí s rozpouštěním atomů bóru v dané fázi, pozitivně ovlivňuje mikrostrukturní stabilitu této oceli [2, 7].

Tabulka 2: Chemické složení oceli P92 (Nf616, X10CrWMoVNB9-2) v % [5, 8]

<b>C(uhlík)</b>	0,07 – 0,13	<b>N (dusík)</b>	0,03 – 0,07
<b>Cr (chrom)</b>	8,5 – 9,5	<b>Si (křemík)</b>	<0,5
<b>W (wolfram)</b>	1,5 – 2,0	<b>Ni (nikl)</b>	max. 0,40
<b>Mo (molybden)</b>	0,30 – 0,60	<b>Al (hliník)</b>	max. 0,040
<b>Mn (mangan)</b>	0,30 – 0,60	<b>B (bór)</b>	0,001 – 0,006
<b>V (vanad)</b>	0,15 – 0,25	<b>P (fosfor)</b>	max. 0,020
<b>Nb (niob)</b>	0,04 – 0,09	<b>S (síra)</b>	max. 0,010

## 4.4 Mechanické vlastnosti oceli P92:

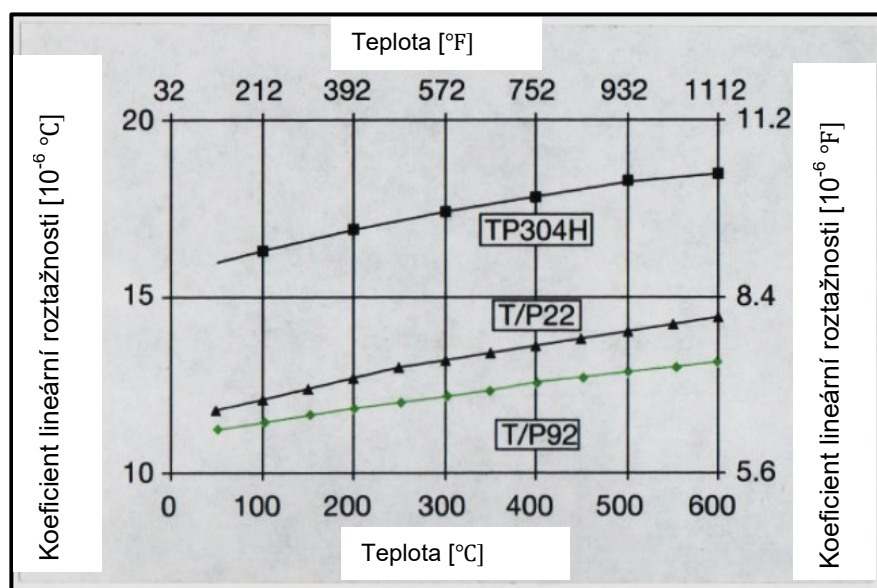
Hustota oceli P92 je  $7850 \text{ kg/m}^3$ . Tabulka 3 nám zobrazuje mechanické vlastnosti a tabulka 4 pak zobrazuje nejvíce podstatné fyzikální vlastnosti oceli P92, které jsou s ohledem na konstrukční požadavky. Obrázek 2 porovnává koeficient lineární roztažnosti oceli P92 a TP304H austenitické nerezové oceli. Ocel P92 je jasně lepší. Výhodou oceli P92 oproti austenitickým nerezovým ocelím je její příznivější tepelná vodivost a nižší střední koeficient délkové roztažnosti [8].

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti oceli P92 (NF616, X10CRWMOVNB9-2) [5]

<b>R<sub>p0,2</sub></b>	<b>R<sub>m</sub></b>	<b>A</b>		<b>A<sub>v</sub> (ISO –V)</b>	
<b>[Mpa]</b>	<b>[Mpa]</b>	<b>[%]</b>		<b>[J]</b>	
		v příčném směru	v podélném směru	v příčném směru	v podélném směru
≥ 440	620 – 850	min. 17	min. 19	min. 27	min. 40

Tabulka 4: Důležité fyzikální vlastnosti oceli P92 [8]

Teplota °C	Modul pružnosti GPa	Koeficient lineární roztažnosti $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	Měrná tepelná kapacita J/kg K
20	191		420
50		11,2	420
100	184	11,4	430
150		11,6	450
200	184	11,8	460
250		12,0	470
300	173	12,1	480
350		12,3	500
400		12,6	510
450		12,8	530
500	152	12,9	580
550		13,0	600
600	98	13,1	630
650		13,1	640



Obr. 2: Koeficient lineární roztažnosti [8]



## 5 Metalografické metody

### **Metalografie:**

Je to studium, zabývající se vnitřní stavbou kovů a slitin s cílem zviditelnit mikrostrukturu materiálu. Díky metalografii můžeme hledat souvislosti mezi strukturou materiálu a vlastnostmi materiálu, pozorovat a kontrolovat průběžně nebo mezioperačně vlastnosti materiálu při jeho zpracování a výrobě. Pátrat po příčinách vad materiálu u výrobku, které nevyhovují eventuálně objasnit důvody selhání nějakého zařízení.[9]

Z hlediska míry strukturních parametrů se zpravidla používají tyto klasifikace: makrostruktura, mikrostruktura, Nanostruktura.[4]

**Makrostruktura:** vizuální hodnocení do rozměru cca 100 $\mu$ m.

**Mikrostruktura:** - hodnocení v oblasti rozměru cca 100 $\mu$ m až 100nm.

**Nanostruktura:** - hodnocení strukturních parametrů pod cca 100nm.

### **5.1 Střední vzájemná vzdálenost částic (precipitátu)**

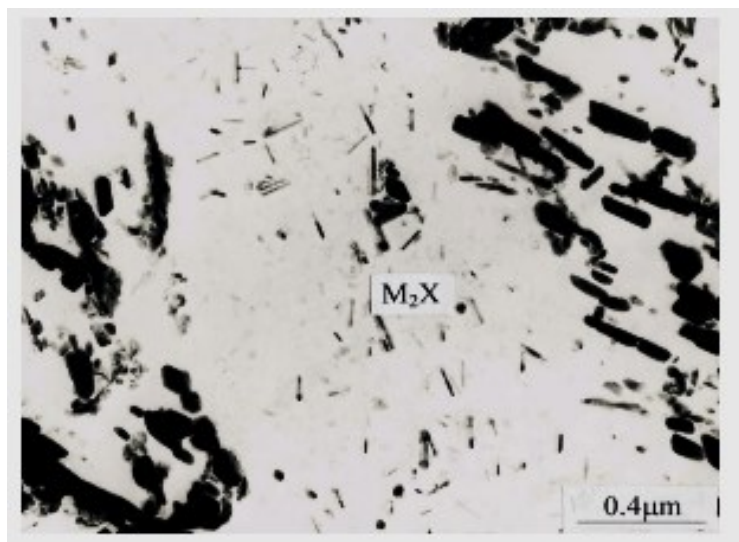
Mezi kvantitativní mikrostrukturní parametry zpevněných slitin patří střední vzájemná vzdálenost částic. Střední vzájemné vzdálenosti částic jsou vypočteny na základě výsledků kvantitativní elektronové metalografie. Rozptyl výsledků kvantitativní metalografie může dosáhnout desítek procent. Základním zdrojem chyb může být metoda přípravy preparátů, volba zorných polí, použité zvětšení, subjektivní interpretace mikrostruktury a rozdíl v použitých metodách obrazové analýzy [10].

Další skutečnost je, že ve většině žáropevných ocelí existují částice několika minoritních fází. Na běžných zobrazeních ve světlém poli není možné rozlišit částice různých minoritních fází na základě jejich velikosti a morfologie. Hodnoty rychlosti hrubnutí precipitátu vypočtené na základě změn střední velikosti částic představují „zdánlivou rychlost hrubnutí“ a neříkají nic o rychlosti hrubnutí jednotlivých fází. Použití prozařovací elektronové mikroskopie s přidavným zařízením pro energiovou filtraci zobrazení umožňuje eliminovat tento problém [10].

Hodnoty vypočtené střední mezičásticové vzdálenosti nezohledňují rozdíly v distribuci jednotlivých minoritních fází. Tento parametr rovněž nerespektuje skutečnost, že částice vyloučené na hranicích a uvnitř latěk/subzrn hrají z hlediska zotavení dislokační substruktury v průběhu creepové expozice materiálu rozdílnou úlohu. Výsledky měření mezičásticové vzdálenosti jsou implementovány do fyzikálních creepových modelů [10].

### 5.2 Celkové změny mikrostruktury

Metodu studia změn mikrostruktury komponent tepelných zařízení představuje optická mikroskopie. Také jsou používány povrchové otisky - repliky. V případě studia metalografických výbrusů lze získat mnohem věrohodnější a detailnější výsledky, např. výskyt kavit menších rozměrů. Malé překročení teploty  $A_{C1}$  nemusí být za použití povrchových otisků prokázáno. U studia výbrusů lze optickou metalografii doplnit metodami elektronové mikroskopie. Ty umožňují nejen získat zobrazení struktury při výrazně větším zvětšení, ale zároveň i aplikovat difrakční a spektrální metody umožňující identifikaci fázového složení materiálů. Obr. 3 uvádí částice  $M_{23}C_6$  a  $M_2X$  přítomné v 12% Cr oceli po tepelném zpracování na jakost [10].



Obr. 3: Částice  $M_{23}C_6$  a  $M_2X$  přítomné v 12% Cr oceli po tepelném zpracování [10]

## 6 Světelná mikroskopie

Mikrostruktura materiálů se nejčastěji studuje pomocí světelných mikroskopů. Světlo je druhem elektromagnetického záření o vlnových délkách cca 390-790 nm [4].

Základní aplikace světelné mikroskopie:

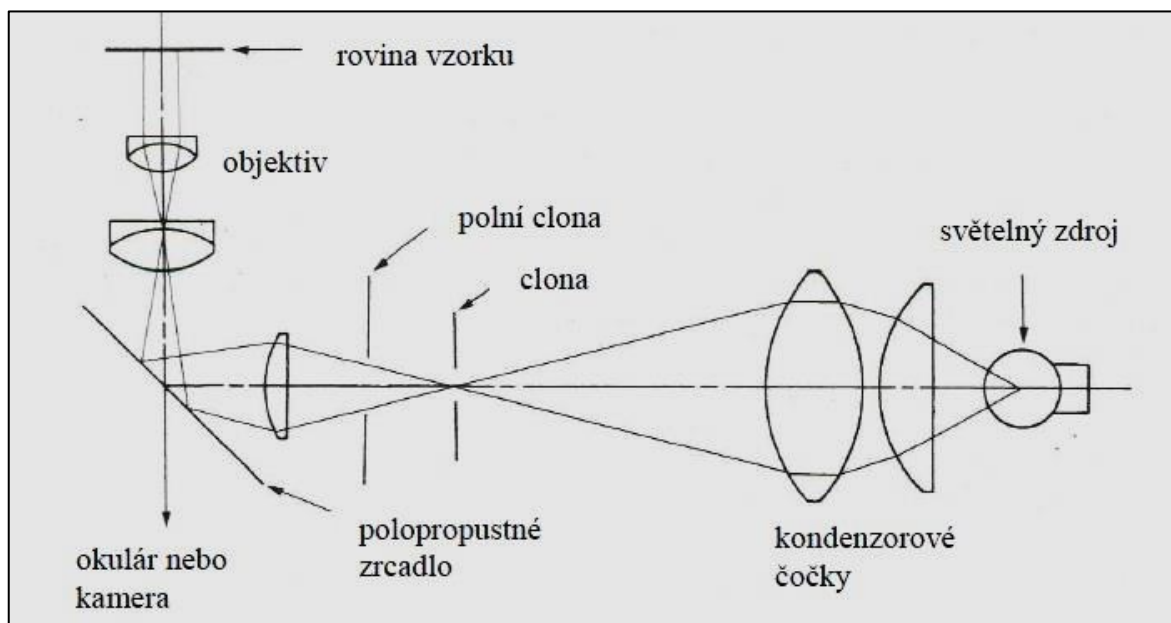
- Určení parametrů struktury.
- Odhalování příčin vad a havárií.
- Rozbor souvislosti mezi vlastnostmi materiálu a jeho strukturou.

### 6.1 Světelný mikroskop

Zvětšuje pozorovaný objekt podle zákonů geometrické optiky. Hlavními zákony geometrické optiky jsou:

- zákon odrazu a lomu,
- zákon o vzájemné nezávislosti chodu paprsků,
- zákon o přímočarém šíření světla.

Hlavní součásti světelného mikroskopu popisuje obrázek č. 4:

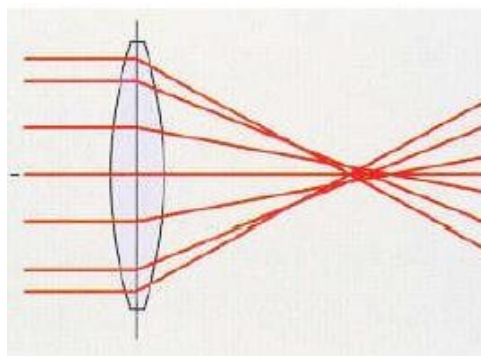


Obr. 4: Zjednodušené schéma hlavní části světelného mikroskopu [4, 11]

Na kvalitu zobrazení vzorku světelným mikroskopem mají vliv četné vady jednoduchých čoček:

**1) vady monochromatického zobrazení** (vznikají při použití monochromatického osvětlení)

- a. sférická vada** – paprsky procházející v různých vzdálenostech od optické osy mají různé ohniskové vzdálenosti

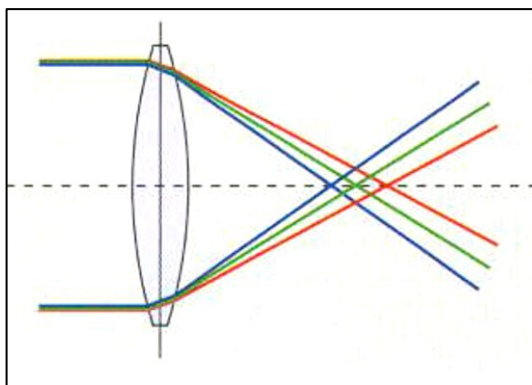


Obr. 5: Sférická vada [4, 11]

- b. astigmatismus** – souvisí s rozdílnou fokusací paprsků v radiálním a tangenciálním směru.

**2) vady chromatické** (vznikají v případě použití světla s určitým rozsahem vlnových délek)

- a. podélná chromatická aberace** – zobrazení objektu v různých spektrálních barvách jsou navzájem posunuta podél optické osy. Nejbližší k čočce je fialová barva, nejdále je červená barva, viz obrázek č. 6



Obr. 6: Podélná chromatická vada čočky [4, 11]



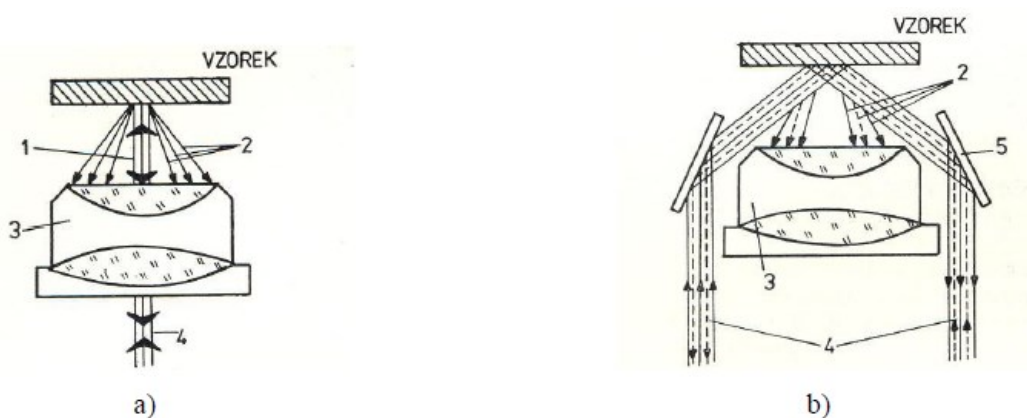
- b. příčná chromatická aberace** - jestliže je korigována podélná aberace, zobrazení v jednotlivých barvách nebudou mít stejný rozměr.

Pro snížení vlivu rizika výše uvedených vad na kvalitu vypočtení, používají se soustavy čoček ve světelných mikroskopech vyrobené z odlišných typů čoček. Objektivy jsou označovány jako achromáty, fluority nebo apochromáty v závislosti na stupni korekce vad. Pro lepší průchodnost světla jsou čočky opatřeny povlakem [4, 11].

### 6.2 Metody pozorování vzorků

Při dopadu světla na povrch vzorku se část paprsků absorbuje a část odrazí.

Při odlesku jasu může dojít k fázovému posunu paprsků odražených od různých míst povrchu vzorku, také může dojít ke změně amplitudy záření. Aby byly fázové změny dost zřetelné pro lidské oko, musí se nejdříve převést na změny amplitudy (amplitudový kontrast). Etapovitě odlišnosti difúzního světla musí být nejprve převedeny na změny amplitudy. Techniky fázového kontrastu se používají u materiálu s příliš nezřetelnou strukturou i po chemickém vyvolání. Při obvyklém sledování ve světlém poli je světlo dopadající na vzorek odraženo zpět do objektivu. Detaily struktury s různými hodnotami odrazivosti můžeme sledovat ve světlém poli. Na povrchu výbrusu jsou nerovnosti, které způsobují difúzní rozptyl světla. Stávají se viditelnými, je-li jejich velikost aspoň vlnové délky použitého světla. Při pozorování v tmavém poli nám vzniká obraz, kde jeho kontrast je opačný od pole světlého. Podrobnosti na výbruse vyvolávají difúzní rozptyl světelného paprsku, kde se jeví světlé, ale jejich okolí je stále temné. Pro představu můžeme vidět na obrázcích 7a) a 7b) [4, 11].



Obr. 7: : a) zobrazení ve světlém poli, b) zobrazení v tmavém poli :- 1) odražený svazek, 2) rozptýlený svazek, 3) objektiv, 4) osvětlovací svazek, 5) zrcadlo [4,11].

Tímto způsobem osvětlení nedochází k zobrazení povrchu výbrusu odráženým světlem, procházejícím mimo objektiv, ale světlem rozptýleným ve směru osy optického mikroskopu. Tahle technika je využívána pouze pro malá zvětšení. Světlé nebo tmavé pole používá k osvětlení vzorku světla, kmitající v rovině kolmé na směr šíření světla ve všech směrech. U polarizovaného světla bývají kmity ve směru šíření světla usměrněny do jedné roviny. Polarizovaným světlem lze rozlišit mezi izotropními a anizotropními materiály. Ke zkoumání můžeme využít jak naleptané vzorky, tak i vyleštěné výbrusy [4,11].

### 6.3 Příprava vzorků

Kvalitní výsledky metalografického rozboru jsou dosaženy správně připravenými vzorky.

Při přípravě metalografických vzorků (výbrusů) se volí následující postup:

#### **Řezání vzorků:**

V závislosti na typu materiálu a velikosti výchozího výrobku nebo polotovaru se zvolí vhodná metoda dělení materiálu: řezání pilou, vodním paprskem, rozbrušování, pálení. Velikost vzorku je závislá na předmětu hodnocení, ale vzorky jsou zpravidla menší než cca 25 x 25mm. Vzorky musí být správně odebrány vzhledem k hlavní ose tváření a plocha výbrusu nesmí být tepelně ovlivněna použitou metodou dělení materiálu [4].

#### **Fixace vzorků:**

Pro dosažení rovinného výbrusu je v mnoha případech nezbytné fixovat vzorky, především vzorky malých rozměrů, ve vhodné nekovové hmotě. V případech, kdy vzorkům nevadí krátkodobé působení zvýšené teploty (cca 180°C) a tlaku se používá lisování do bakelitu (reaktoplastu). Jinou alternativu představuje zalévání vzorků za studena do pryskyřice. Některé hmoty používané pro fixaci vzorků jsou elektricky vodivé, což usnadňuje studium vzorků za použití řádkovací elektronové mikroskopie [4].

#### **Broušení:**

Cílem je připravit rovinný výbrus. Obvykle se používá série SiC brusných papírů s odstupňovanou zrnitostí (od cca 80 do 1200 – čísla jsou vztažena k velikosti zrn SiC; čím menší číslo, tím hrubší zrna) [4].

#### **Leštění:**

Mechanické leštění se v současnosti nejčastěji provádí na diamantových pastách s odstupňovanou zrnitostí (od cca 10μm do 1μm). Ve speciálních případech je možno

použít i jemnější zrnitosti. Jinou možnost představuje elektrolytické leštění. Při tomto procesu je vzorek zapojen jako anoda [4].

Při mechanickém leštění může na povrchu vzorku vzniknout deformovaná Bilbyho vrstva. Odstranění tohoto nežádoucího artefaktu lze docílit opakovaným leštěním a leptáním vzorku. Rovněž v případě elektrolytického leštění mohou vznikat defekty: v případě vícefázového materiálu může dojít k naleptání některé z fází nebo matrice v okolí nekovových vměstků [4].

Pro mikrostrukturní rozbor je nezbytné provést naleptání vyleštěných výbrusů.

### **Chemické leptání:**

Obvykle provádí v roztoku kyselin v alkoholu, leptání lze rovněž provést **elektrolyticky**. Během leptání vzorku dochází k vytváření povrchového reliéfu nebo se vytváří oxidická vrstva proměnlivé tloušťky [4].

## 7 Elektronová mikroskopie

Využití tenkého svazku elektronů, který představuje zdroj záření v mikroskopech, umožnilo dosáhnout velmi vysokých hodnot rozlišovací schopnosti. Tenký svazek elektronů se vyznačuje velmi krátkou vlnovou délkou (cca o pět řádů menší než světelné záření) a velmi snadno se ovládá v elektrickém a magnetickém poli [4].

### 7.1 Prozařovací elektronový mikroskop (TEM)

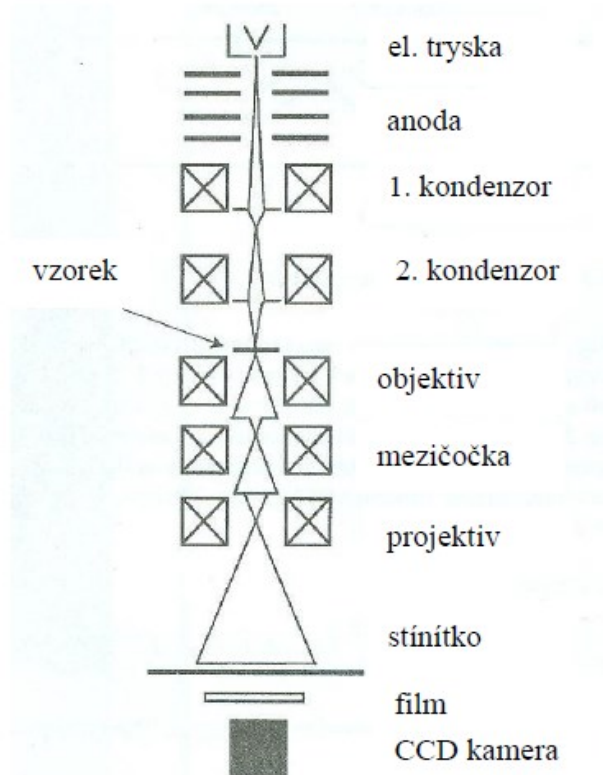
Anglický název je Transmission Electron Microscope – TEM.

Používá se pro studium umělých přípravků, kdy tloušťka samotných vzorků je tak malá, že umožňuje procházení elektronů ustáleného prvotního svazku a využívá k vytvoření obrazu (s využitím prošlých elektronů) soustavu elektromagnetických čoček. Prozařovací elektronový mikroskop umožňuje vzrůstající zdokonalení bodové rozlišovací schopnosti až k atomárnímu rozlišení. Na obrázku č. 8 pak můžeme vidět hlavní části TEM [4].

#### Vakuová soustava

Požadavky na vakuum v elektronovém mikroskopu jsou vysoké. U přenosu elektronového mikroskopu je potřebné vakuum získáno olejovou difúzní vývěvou. Topná spirála této vývěvy je žhavana střídavým proudem. Vakuum, potřebné pro činnost difúzní vývěvy je získáno rotační olejovou vývěvou. U emisního elektronového mikroskopu je vakuum zlepšeno ještě vymrazováním [4, 15].

Rotační vývěva vytvoří uvnitř mikroskopu vakuum řádově v jednotkách pascalů. Její pomocí se získá předvakuum, nutné pro práci difúzní vývěvy. Vytvoření předvakua je nutné, neboť difúzní vývěva nepracuje při atmosférickém tlaku. Spojením těchto dvou vývěv se získá potřebné vakuum řádově  $10^{-2}$  Pa [4, 15].



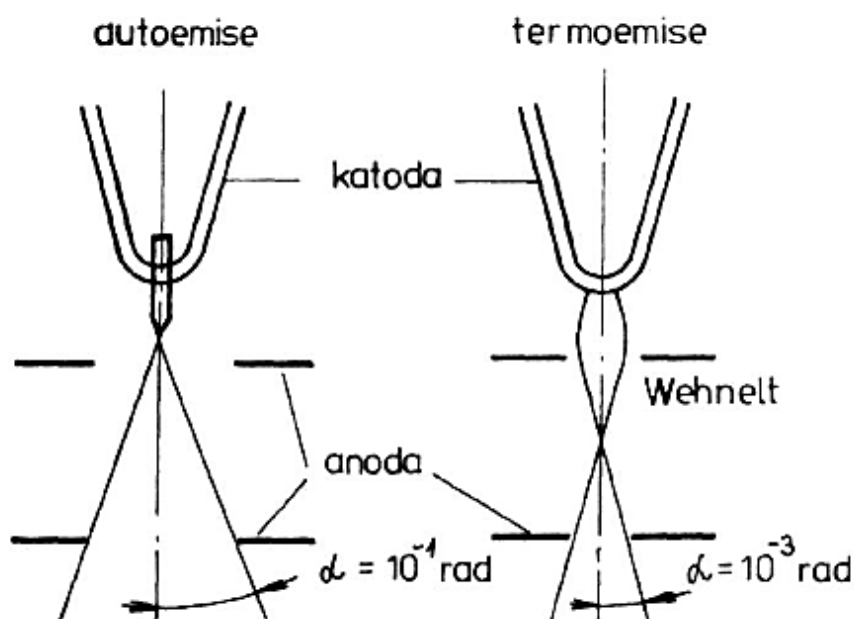
Obr. 8: Schéma prozařovacího elektronového mikroskopu [4]

## Elektronová tryska (dělo)

Jedním ze základních požadavků na elektronovou trysku náleží vysoká proudová hustota, malá velikost stopy a malý rozptyl energií (vlnových délek) elektronů tvořících primární svazek. Termoemisní tryska, která je tvořená žhaveným wolframovým vláknem, je vlastně nejstarší konstrukční typ. Elektrony, které jsou vyzařované z povrchu wolframové katody Wheneltovým válcem, jsou soustředěny v oblasti optické osy mikroskopu a urychlovány napětím přiloženým na anodu. Elektrony, které jsou urychleny, se pak pohybují podél optické osy mikroskopu [4].

Autoemisní tryska a monokrystal LaB6 pak představují modernější typ trysky, která umožňuje dosáhnout vysoké proudové hustoty, průměr stopy je menší, menší je také rozptyl energie elektronu, obr. 9 [4].

Podstata principu fungování autoemisní trysky (FEG), spočívá vlastně ve výstupu volných elektronů z kovu (za studena nebo při ohřevu emisním proudem), kde se překoná potenciální bariéra na rozhraní kov – vakuum vlivem silného elektrického pole [4].



Obr. 9: Schéma FEG a wolframové termoemisní trysky[4]

## Osvětlovací systém

Elektromagnetické čočky (kondenzory), sloužící ke zmenšení velikosti a fokusaci elektronového svazku před dopadem na vzorek, jsou soustavou osvětlovacího systému [4].

## Zobrazovací systém

Elektrony prošlé preparátem, které jsou zpracovávány systémem několika magnetických čoček. Elektromagnetické čočky vytvářejí zvětšené zobrazení na fluorescenčním stínítku nebo zobrazení snímá CCD kamera [4].

Prozařovací elektronový mikroskop umožňuje sloučit mikroskopii a difrakci v jediném přístroji. Optická soustava v režimu mikroskopie je nastavena tak, aby předmětová rovina intermediální čočky zobrazovací soustavy souhlasila s obrazovou rovinou objektivové čočky, kde vzniká první meziobraz preparátu. Jednoduchost přechodu do difrakčního režimu spočívá pouze ve změně optické mohutnosti mezičočky. Předmětová rovina mezičočky odpovídá zadní ohniskové rovině objektivu, kde se nachází difrakční obrazec [4].

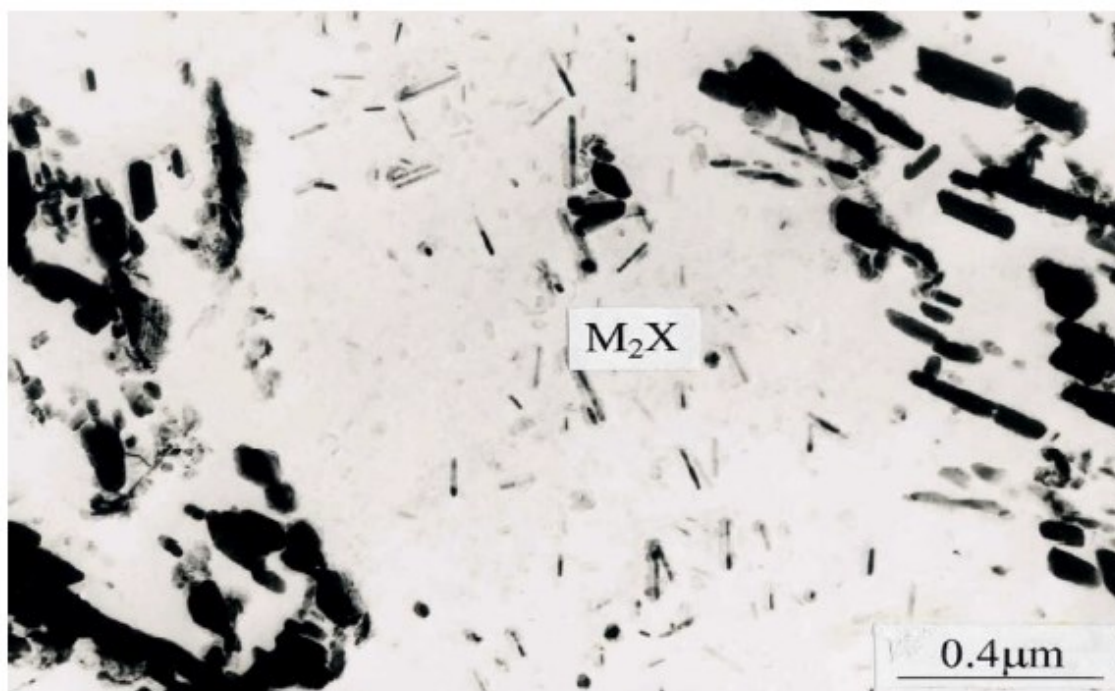
## 7.1.1 Příprava vzorků pro prozařovací elektronový mikroskop

Vzorky pro prozařovací elektronový mikroskop můžeme rozdělit do dvou kategorií:

### Extrakční otisky (repliky)

Jsou tvořeny tenkým filmem amorfního uhlíku, ve kterém jsou zachyceny částice precipitátu. Částice precipitátu byly původně přítomny na naleptaném povrchu metalografického výbrusu. Objemový podíl minoritních fází v kovové matici je značně malý, což umožňuje jejich identifikaci. Tyto preparáty jsou užitečné při rozboru precipitačních procesů v technických materiálech [4].

Obrázek 10 popisuje vzor extrakční repliky sejmuté z 9%Cr1%MoV oceli. Částice precipitátu, které jsou zachyceny v uhlíkovém amorfním filmu, byly přítomny na povrchu výchozího metalografického výbrusu. Karbidy typu  $M_{23}C_6$  jsou hrubší tmavé částice, zatímco karbonitridy typu  $M_2X$  jsou jemné jehlicovité částice. Studovat krystalografické defekty přítomné v kovové matici tento typ preparátu neumožňuje [4].



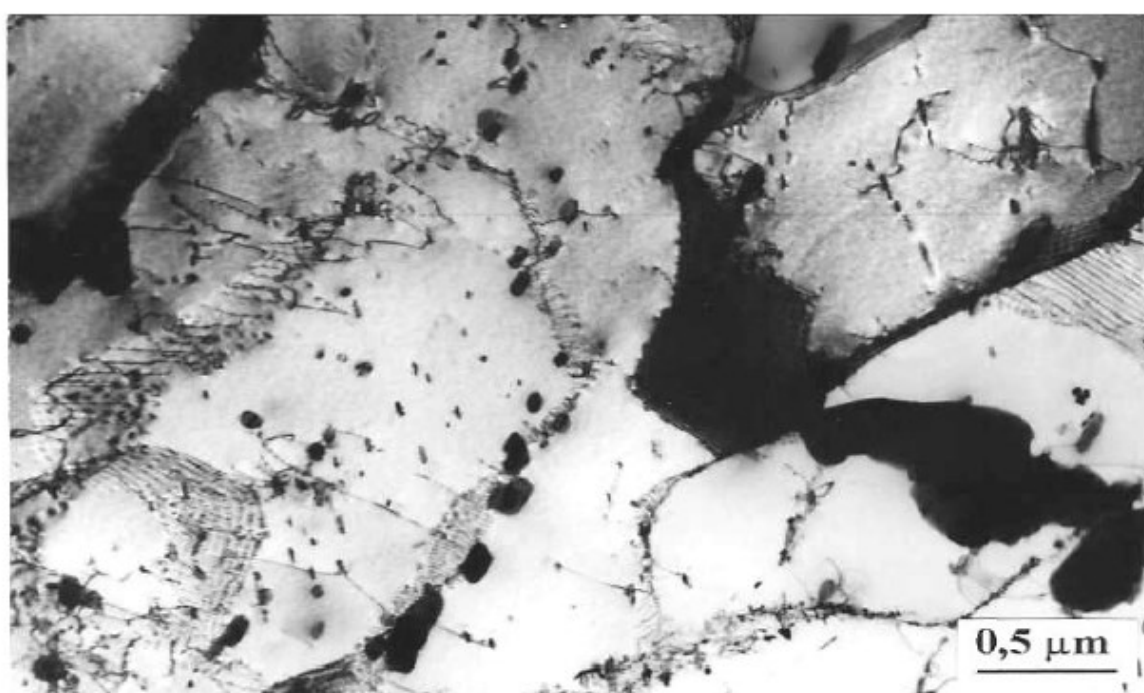
Obr. 10: Extrakční uhlíková replika z 9%Cr1%MoV oceli[4]



## Tenké fólie:

Tvoří ztenčené disky studovaného materiálu na tloušťku, která umožňuje průchod prvotních elektronů. Preparát tohoto typu nám umožní celkovou charakterizaci substruktury materiálu a to i včetně krystalografických vad [4].

Obrázek 11 zobrazuje tenkou fólii z 9%Cr1%MoV oceli, kde jsou v kovové matici přítomny karbidy typu  $M_{23}C_6$ , které lemují hranice zrn/subzrn a jemné intragranulární částice typu MX. Částice typu MX jsou velmi důležité, jelikož vytvářejí zábrany pro pohyb dislokací během tečení. Tenké fólie umožňují studium dislokační substruktury – interakci dislokací, tvorbu subzrn, atd.[4].



Obr. 11: Tenká kovová fólie 9%Cr1%MoV oceli [4]

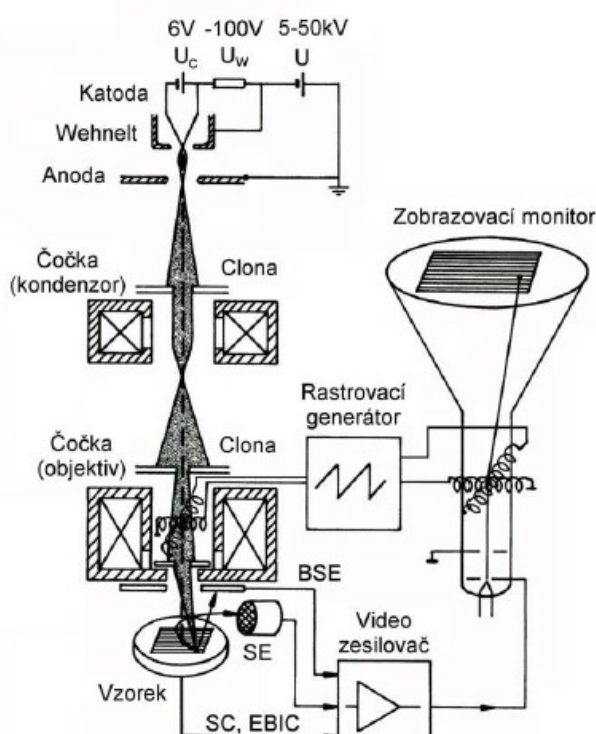
## 7.2 Řádkovací elektronový mikroskop

Anglický název je Scanning Electron Microscope – SEM.

Řádkovací elektronový mikroskop (SEM – Scanning Electron Microscope) využívá pohyblivého svazku elektronů k vyvolání fyzikálního signálu. Teprve tento signál přináší informaci o místě dopadu primárního elektronového svazku [4].

Schéma SEM s termoemisní tryskou je znázorněno na obr. 12.

Prvotní svazek elektronů, který je pomocí elektromagnetických čoček (objektiv a kondenzory) fokusován na povrchu vzorku, byl vytvořen kladným napětím na anodě a elektrony emitovanými katodou. Elektronový svazek je umístěn nad vzorkem, který je vychylován pomocí dvou navzájem kolmých systémů vychylovacích cívek. Periodická napětí přivedená z rastrovacího generátoru na cívky umožňují, aby svazek probíhal řádek po řádku na zvolené ploše analyzovaného vzorku. S pohybem prvotního svazku je sledován pohyb elektronového svazku sledovací obrazovky. Kterýkoliv bod na řádkované ploše vzorku souhlasí s bodem na obrazovce. Ten je charakterizován stejnými relativními souřadnicemi [4].



Obr. 12: Schéma řádkovacího elektronového mikroskopu s termoemisí tryskou [4]

Chceme-li docílit změnu zvětšení, změníme velikost oblasti pohybu svazku prvotních elektronů na vzorku při stálé velikosti obrazu na sledovací obrazovce. Svit obrazovky je obměňován intenzitou vybraného fyzikálního signálu. Fyzikální signál vzniklý v místě dopadu svazku na vzorek byl přeměněn po zesílení na signál elektrický [4].

Kontrast na obrazovce se vytváří jako výsledek rozdílné intenzity vybraného signálu v jednotlivých místech dopadu primárního svazku elektronů [4].

Energický rozsah prvotního svazku se pohybuje zhruba od několika stovek eV až do 30kV. Hlavní výhodou práce při nízkých energiích je potlačení nebo úplné vyloučení náboje při zkoumání nevodivých vzorků, větší výnos sekundárních elektronů, větší povrchová citlivost, menší interakční objem a do vzorku je přenášeno méně energie. Problémem však zůstává udržení vysokého rozlišení, které je podmíněno malým průměrem prvotního svazku. Úroveň bodového rozlišení podstatně závisí na použitém zobrazovacím signálu a typu elektronové trysky [4].

Nejlepších hodnot rozlišení lze dosáhnout při použití autoemisní trysky obdobně jako u prozařovacího elektronového mikroskopu. Autoemisní tryska umožní získat velmi malý průměr svazku, vysoký jas a nízký rozptyl energie elektronů [4].

Elektronová optická soustava má za cíl vytvoření elektronový svazek s co možná nejmenším průřezem, homogenním rozložením elektronů, minimální rozptyl energie elektronů a vysokou proudovou hustotu [4].

### 7.2.1 Příprava vzorků pro řádkovací elektronový mikroskop

V případě elektricky vodivých vzorků můžeme získat kvalitní zobrazení v klasickém řádkovacím elektronovém mikroskopu. U nevodivých vzorků v místech dopadu elektronového svazku docházelo k hromadění záporného náboje. To by vedlo k výraznému zhoršení kvality zobrazení. Aby se potlačil tento jev, obzvláště u nevodivých vzorků, provádí se zvodivění povrchu (př. napaření tenké vrstvy kovu nebo uhlíku). Při napaření cizorodých vrstev na povrchu vzorků může v některých případech zakrývat jemné detaily původních povrchů vzorků [4].

V případě použití prvotního svazku elektronů s nízkou energií lze částečně odstranit nebo i potlačit vliv nabíjení povrchové vrstvy nevodivého vzorku [4].

SEM přístroje se zhoršenou úrovní vakua v komoře vzorku nabízí významné možnosti pro studium nevodivých vzorků v jejich původním stavu. V řádkovacích elektronových mikroskopech zejména studujeme objemové „Bulk“ vzorky. Než se vzorek vloží do řádkovacího elektronového mikroskopu, nejprve se povrch vzorků očistí v ultrazvuku a v případě zkorodovaných povrchů lomových ploch, se může provádět chemické čištění povrchu [4].

## 7.2.2 Způsoby tepelného zpracování oceli P92

### 7.3 Austenitizace

Výsledkem rozpadu austenitu je u oceli P92 v širokém rozhraní ochlazovacích rychlostí martenzit. Tvrdost martenzitu klesá s poklesem rychlostí ochlazování z teploty austenitizace. Změny tvrdosti martenzitu jsou doprovázeny odpovídajícím zvýšením teploty  $M_s$ . Se zvyšováním teploty austenitizace dochází ke snadnějšímu rozpouštění částic minoritních fází v austenitu. Niob tvoří částice typu NbX, kde X je uhlík a/nebo dusík. Rozpustnost niobu v kovové matici je i při vysokých teplotách velmi malá. Proto se částice NbX na teplotě austenitizace rozpouštějí pouze částečně. Nerozpouštěné částice NbX brzdí růst zrna austenitu. Optimální teplota austenitizace závisí na chemickém složení ocelí [6, 16, 17].

Austenitizace je vlastně ohřev nad kritické teploty a přeměna feriticko-cementické struktury (U oceli P92 většinou martenziticko-karbidické) na strukturu austenitickou a následné ochlazení na volném vzduchu. Austenitizační teplota u oceli P92 se pohybuje kolem 1060-1080°C [6,16].

### 7.4 Popouštění

Popouštění je ohřev oceli po jejím zakalení a probíhá při něm řada fázových a strukturních přeměn, kde se mění mechanické i fyzikální vlastnosti oceli. K významné změně vlastností, zejména houževnatosti, však dochází také v oblasti vyšších popouštěcích teplot, i přestože hlavní přeměny byly provedeny při teplotách nižších [6].

Stačí poměrně slabý tepelný popud, aby se martenzit začal přeměňovat ve strukturní součásti stabilnější (popouštěný martenzit nebo ferit a karbidy) [18].

Popouštění zasahuje širokou teplotní oblast od cca 200 °C do teplot těsně pod  $A_{c1}$  podle typu zpracovávané oceli. Zahrnuje 4 až 5 stádií, kdy při nízkých teplotách (do 200 °C) dochází k přeměně netransformovaného zbytkového austenitu na bainit, zvýšením teploty ( $\sim 300^\circ\text{C}$ ) a tím umožněním difuze intersticiálních prvků dojde k postupnému snížení přesycení  $\alpha$  mřížky uhlíkem za současné precipitace tzv. přechodového  $\epsilon$  karbidu železa o chemickém složení  $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ . další zvýšení teploty vede k přeměně přechodového karbidu na stabilní cementit  $\text{Fe}_3\text{C}$ , jeho růstu a případné koagulaci a hrubnutí při teplotách pod  $A_{c1}$ . V případě legování oceli silnými karbido a nitridotvornými prvky se v teplotním rozmezí 550 – 680 °C vyskytuje při popouštění tzv. stadium sekundárního vytvrzení za výrazného

vzrůstu pevnosti a meze kluzu a poklesu tažnosti a hodnot KCV. Příčinou je precipitace velkého množství jemných karbidických a karbonitridických precipitátů typu  $V_4$ ,  $C_3$ ,  $V$  ( $C$ ,  $N$ )  $Mo_2C$ ,  $Cr_7C_3$  o kritické velikosti v základní feritické matici [1].

Ocel P92 má většinou martenzitickou strukturu, proto je základní struktura martenzitu při popouštění nestabilní. Popouštěcí teplota oceli P92 je 730-780°C.[16]

### 7.5 Žihání na měkko

Je to dlouhodobé ohřívání oceli v okolí teploty perlitické přeměny  $A_1$  a následným postupným vychladnutím. Tím se odstraní tvrdost způsobená částečným zakalením při kování, dosáhne se největší měkkosti a houževnatosti, ale nedosáhne se překrystalizování a zjemnění struktury. [18]

Žihání na měkko u oceli P92 se pohybuje při teplotě  $A_{C1}$  tj. +/- 810°C. Žihá se po dobu několika hodin, aby se karbidy zabalily do kuliček. Žihání na měkko se používá před obráběním.

## 8 Kalení

Kalení ocelí je nejvýznamnější operace tepelného zušlechťování kovů, protože bez kalení by technika neměla trvanlivé a výkonné nástroje, tvrdé a pevné konstrukční oceli.[18]

Kalicí teplota u oceli P92 je v podstatě stejná jako u austenitizace 1060 - 1080°C. Postup kalení je stejný jako u austenitizace (s volným ochlazením na vzduchu), jelikož ocel P92 je samokalitelná. To platí pouze pro tenkostěnné výrobky, u silnostěnných polotovarů je potřeba ocel P92 kalit do oleje nebo do vody.

Na obr. 13 lze vidět ARA diagram oceli P92.





## 9 Experimentální část

V mé experimentální části jsem se zabývala mikrostrukturní analýzou oceli P92 a měřením její tvrdosti. Na experiment bylo použito celkem 12 vzorků, které se zkoumaly pod optickým mikroskopem.

Tabulka 5: Tabulka vzorků

Označení	Výchozí polotovár	Rozměr	Tavba
A	kulatina	D520	54380
B	kulatina	D350	54380
C	Kulatina – kovářský kříž	D490	65014
D	kulatina	D500	47335B
E	kulatina	D500	50370A
F	kroužek	D273x28	54380
G	kroužek	D324x32	54380
H	deska	20x170x360	54380
I	kulatina	D325	43440
J	deska	20x100x400	-
K	Svar. deska	20x150x325	33975
L	Svar. deska	20x150x375	65014

### 9.1 Příprava vzorků

Předpřipravené vzorky se nejdříve nařezaly na stroji Discotom 6 (obr.14, 15) na potřebné velikosti.

Nařezané vzorky na potřebnou velikost se zalisovaly na stroji Pronto Press-20(obr. 16, 17), kde byly nastavené požadované parametry. Obecně se tomuto stroji říká tzv. „Viking“ díky své uzavírací hlavici, která je podobná vikingské přilbě.

Zalisované vzorky, které se nechaly vychladnout nejlépe 24 hod, se brousily a vyleštily do zrcadlovitého lesku na stroji TegraPol-35.

Předposledním krok, který byl proveden, bylo leptání vzorků leptadlem Villela Bain, které se nechalo 10 – 15 sekund působit, aby se zviditelnila mikrostruktura vzorků.

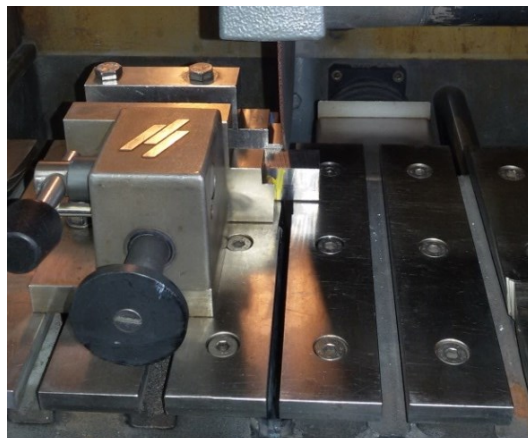
Takto připravené vzorky (obr. 18) byly položeny na podložku optického mikroskopu a byla analyzována mikrostruktura oceli P92. Následně byla prováděna zkouška tvrdosti.

Nutno připomenout, že po každé operaci je třeba vzorky opláchnout ve vodě, lihu a vysušit, aby nezůstaly na vzorcích žádné nečistoty a následující operace byly provedeny správně.





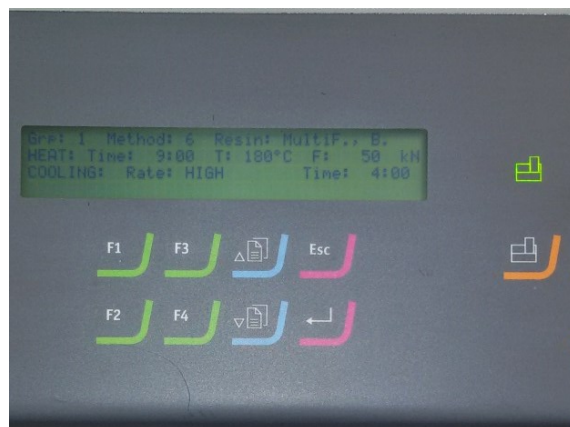
Obr. 14: Stroj Discotom -6



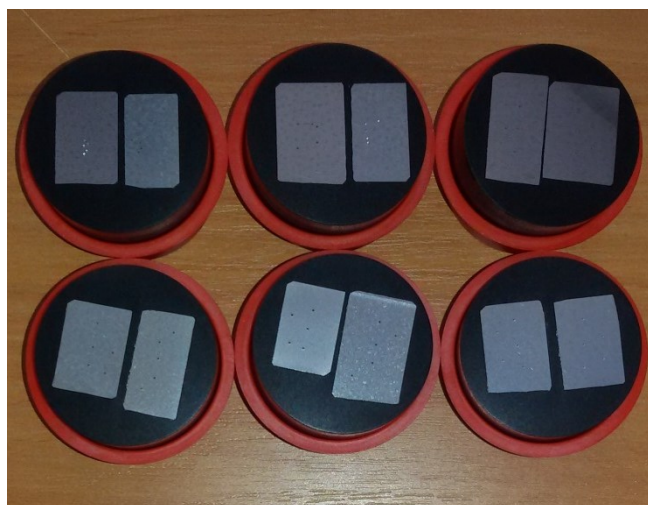
Obr. 15: Uložení vzorku do řezné polohy



obr. 16: Stroj na zalisování Pronto Press-20



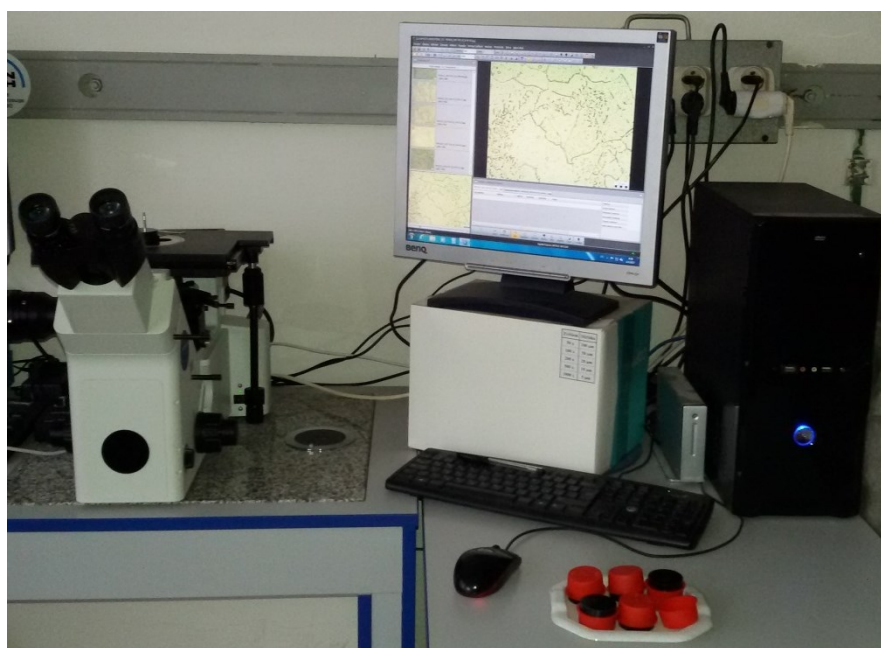
obr. 17: Nastavení parametrů Pronto Press-20



obr. 18: Vzorky připravené k mikrostrukturní analýze a ke zkoušce tvrdosti



obr. 19: Stroj na broušení a leštění TegraPol-35



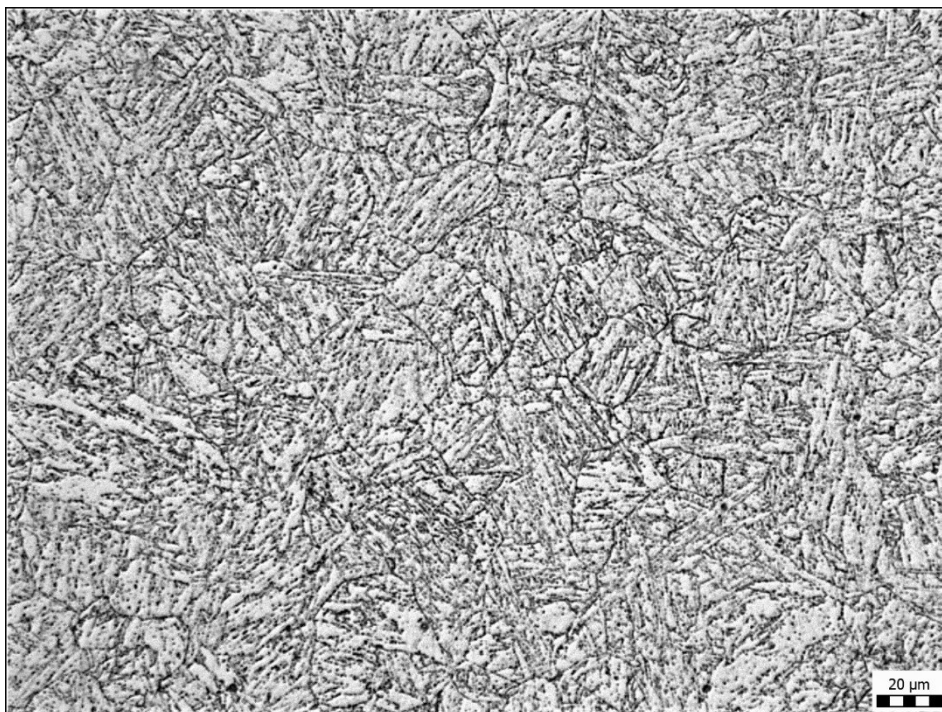
obr. 20: Zkoumání vzorků pod optickým mikroskopem



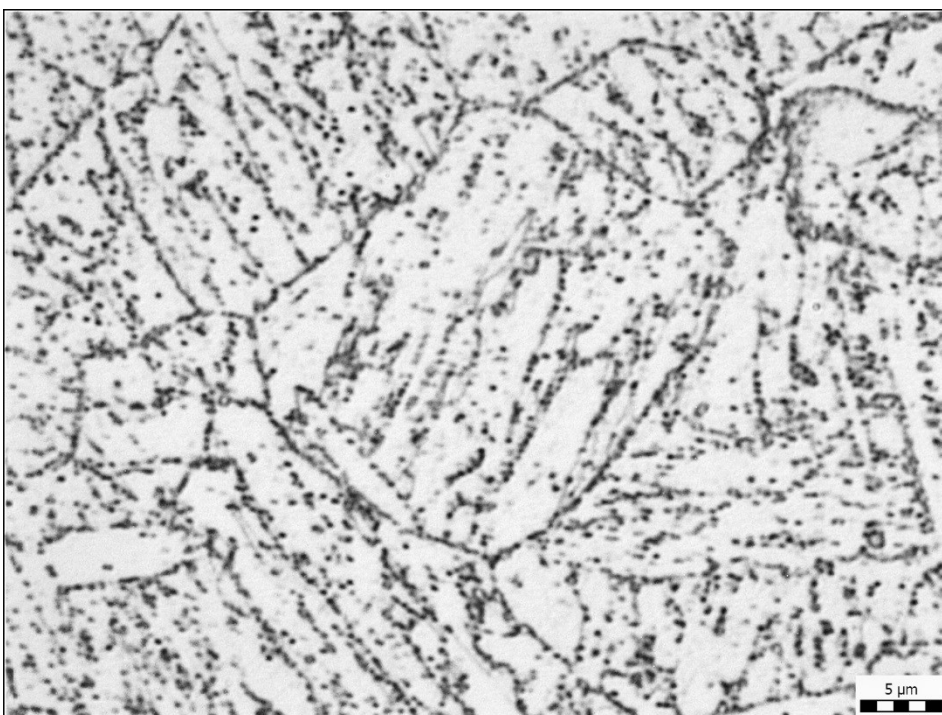
## 9.2 Analýza vzorků pod optickým mikroskopem

### 1) Vzorek A:

Na snímcích je vidět rovnoměrná jemnozrná struktura popuštěného martenzitu.



Obr. 21: Vzorek A při zvětšení 200x.

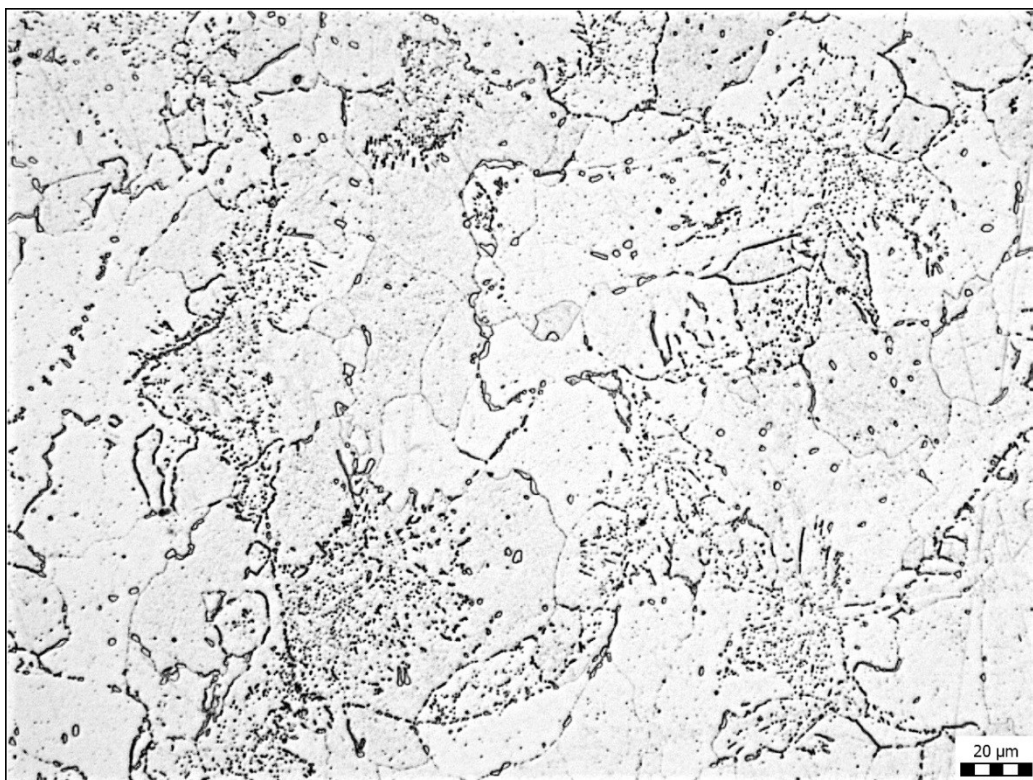


Obr. 22: Vzorek A při zvětšení 1000x.

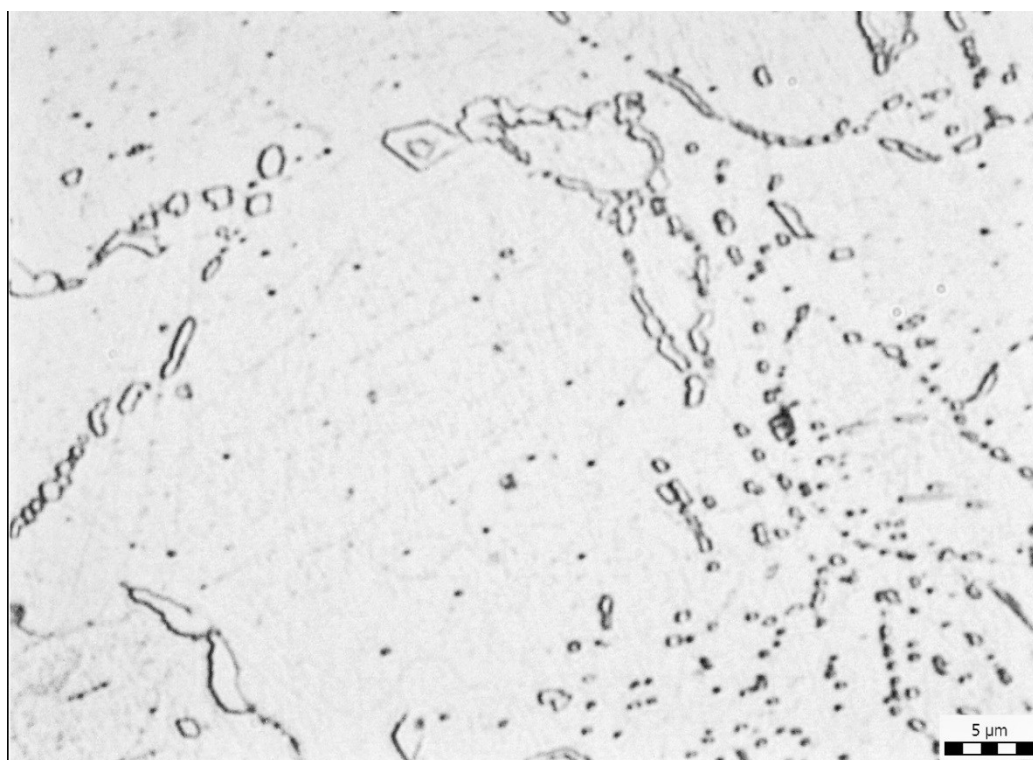


## 2) Vzorek B:

Na snímcích je rozpadlý martenzit na rovnoměrnou karbidicko-feritickou strukturu.



Obr. 23: Vzorek B při zvětšení 200x.

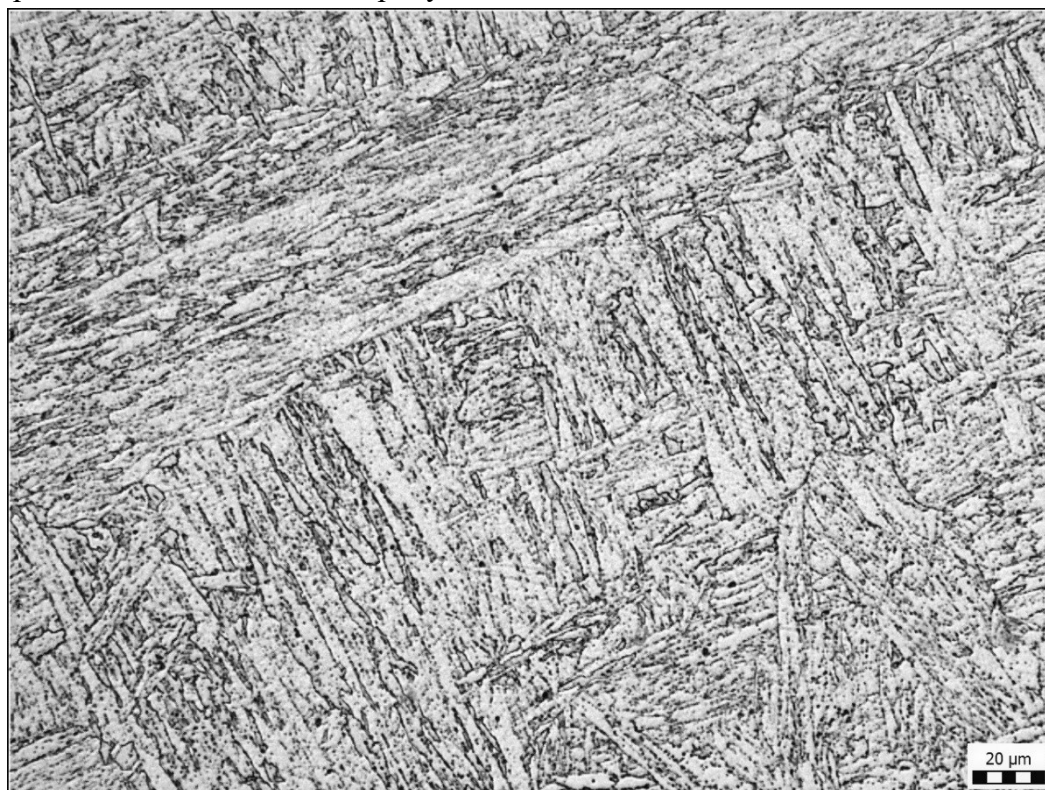


Obr. 24: Vzorek B při zvětšení 1000x.

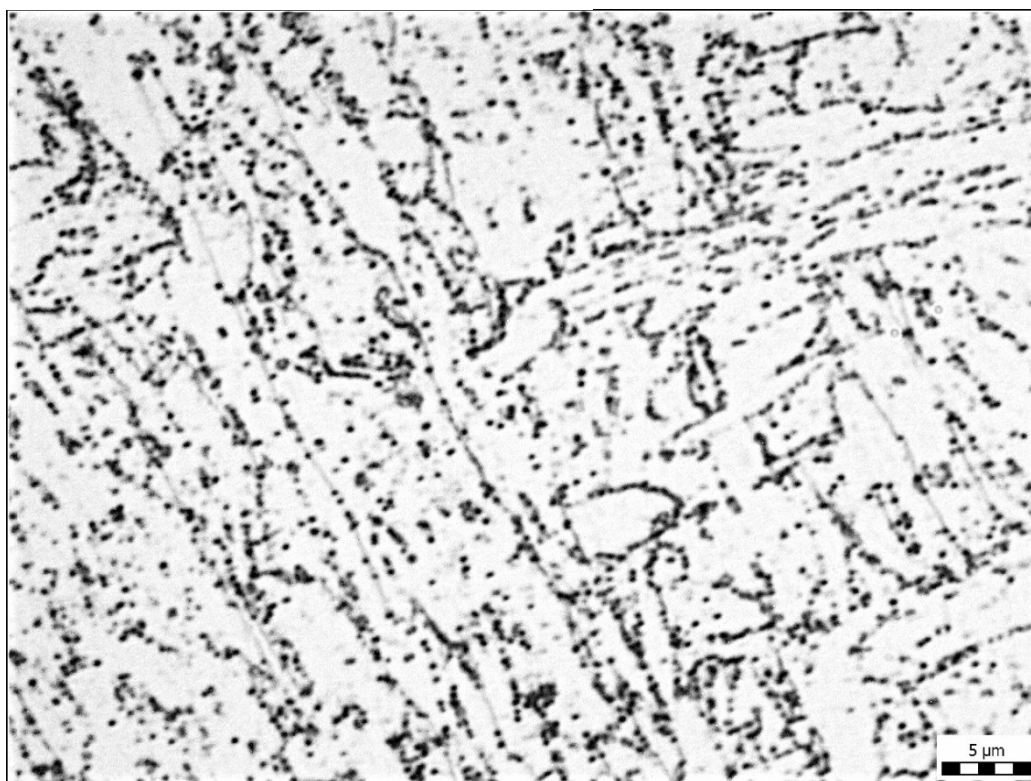


## 3) Vzorek C:

Hrubozrnná martenzitická struktura popuštěného martenzitu, kde lze vidět mnoho precipitátů, které mohou bránit v pohybu dislokací.



Obr. 25: Vzorek C při zvětšení 200x.

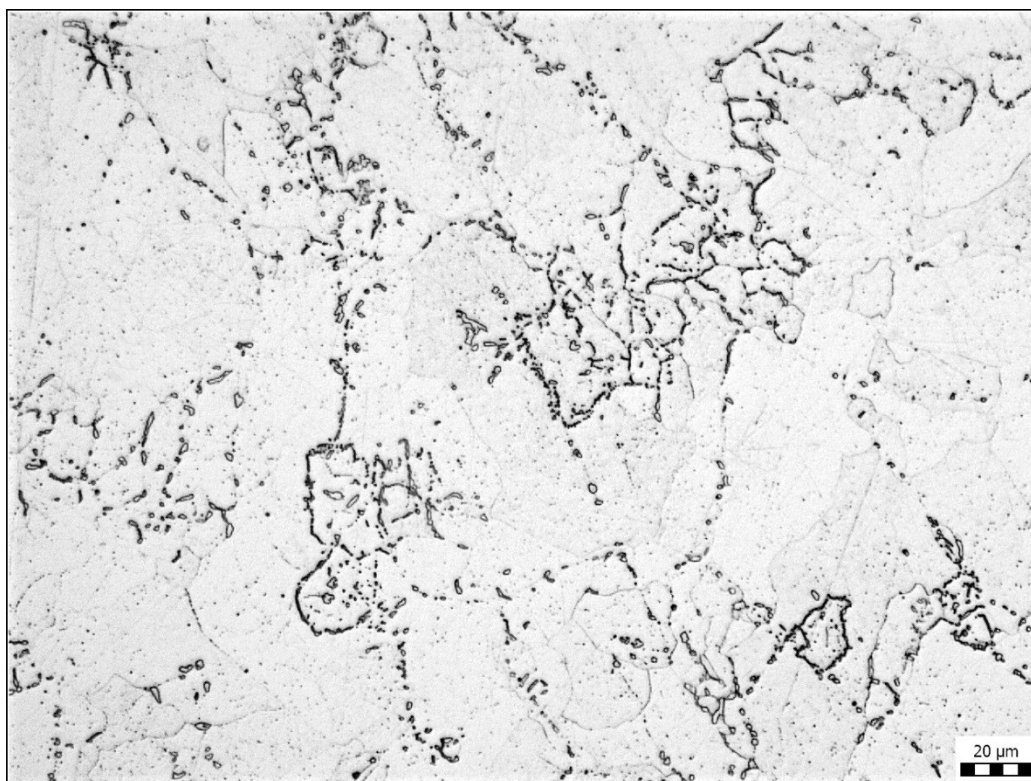


Obr. 26: Vzorek C při zvětšení 1000x.

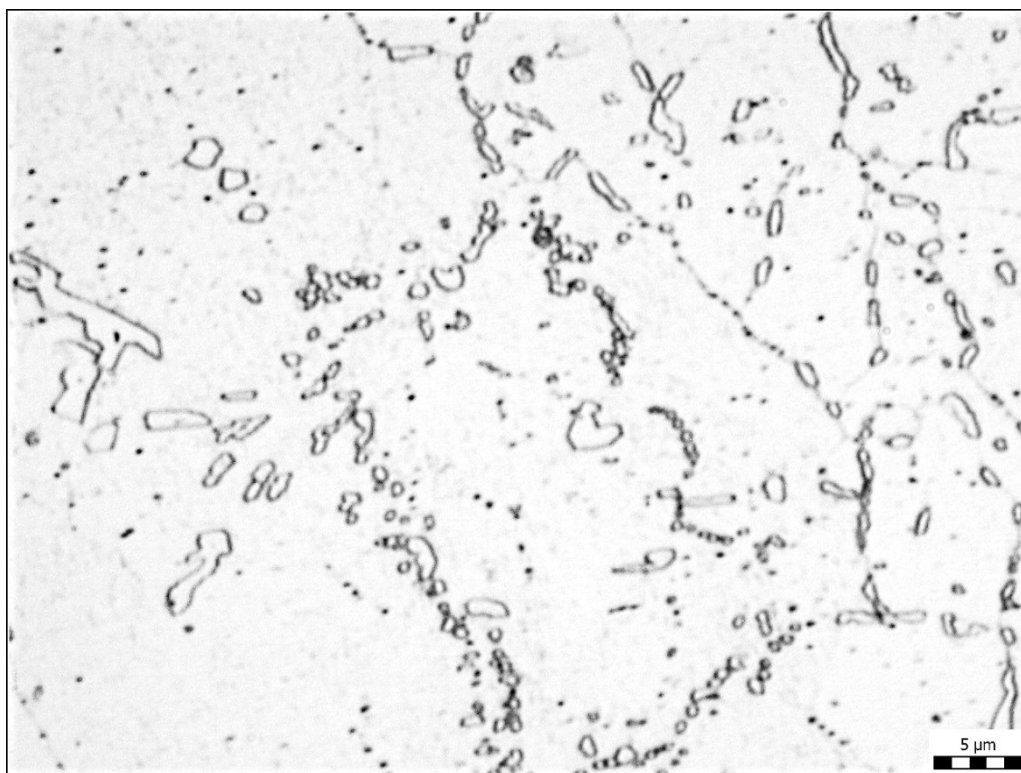


## 4) Vzorek D:

Karbidicko – feritická rovnoměrná struktura popuštěného martenzitu (zcela rozpadlý martenzit).



Obr. 27: Vzorek D při zvětšení 200x.

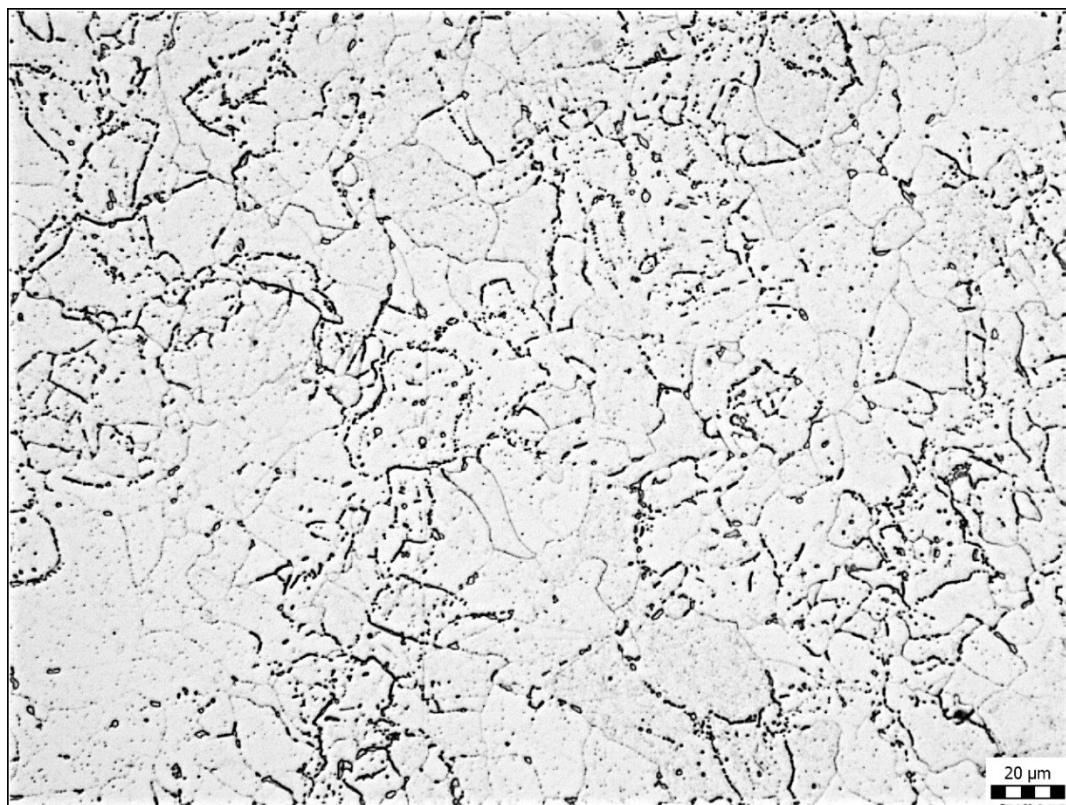


Obr. 15: Vzorek D při zvětšení 1000x.

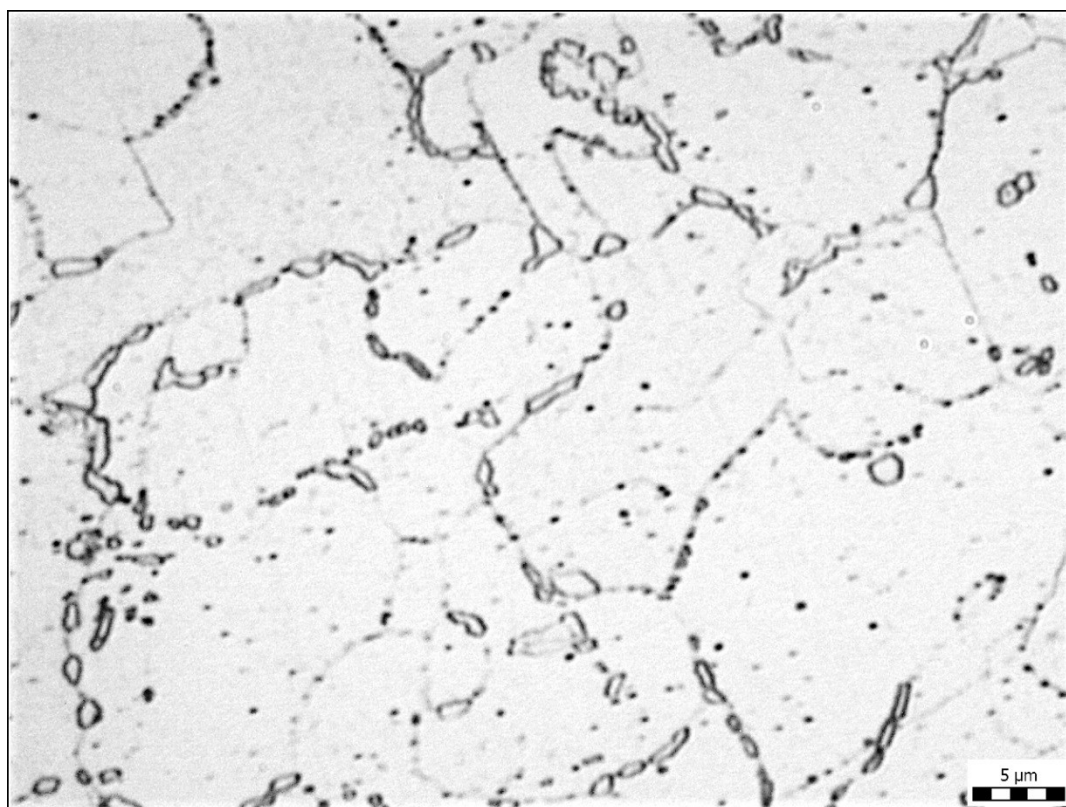


## 5) Vzorek E:

Feriticko- karbidická struktura popuštěného martenzitu. Úplný rozpad martenzitu.



Obr. 29: Vzorek E při zvětšení 200x.

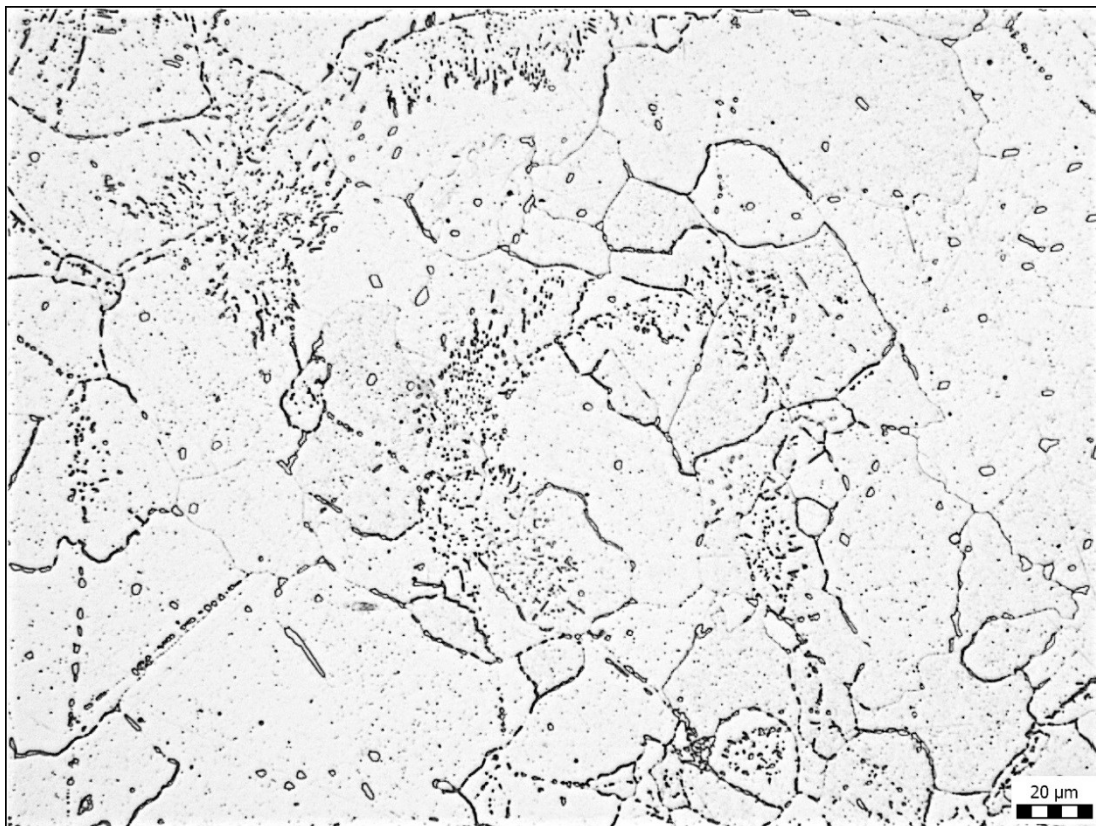


Obr. 30: Vzorek E při zvětšení 1000x.

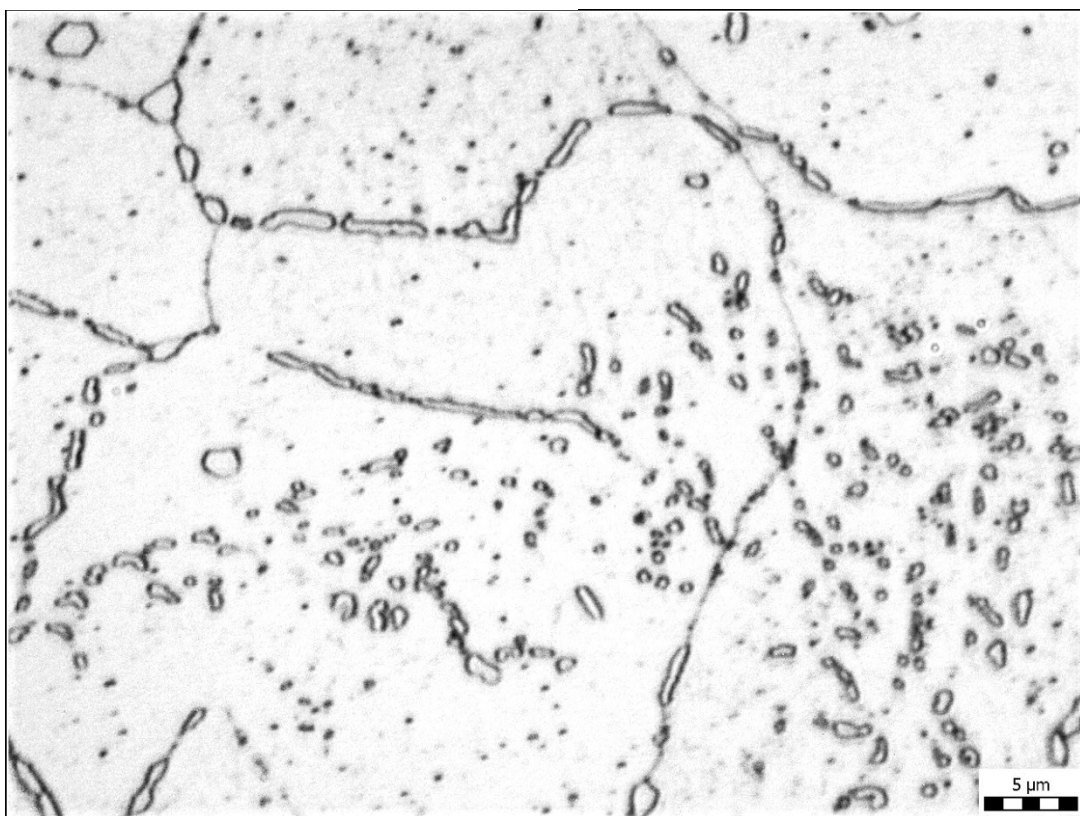


## 6) Vzorek F:

Hrubozrnější výrazně rozpadla struktura popuštěného martenzitu.



Obr. 31: Vzorek F při zvětšení 200x.

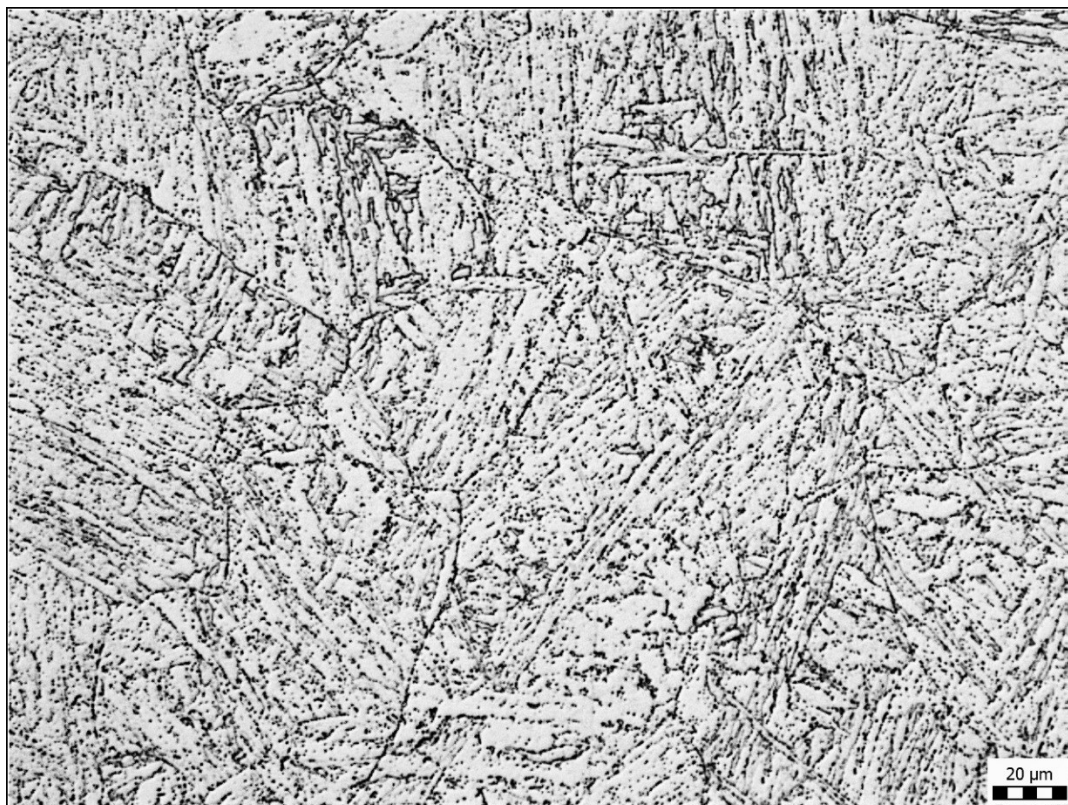


Obr. 32: Vzorek F při zvětšení 1000x.

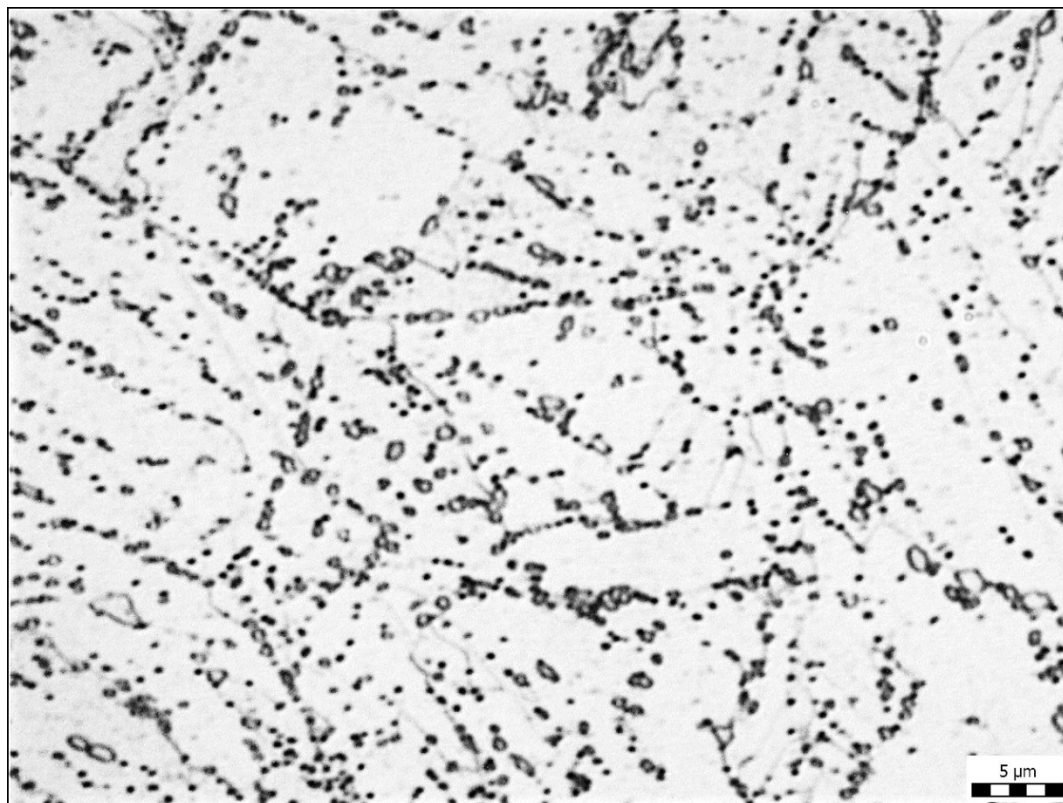


## 7) Vzorek G:

Hrubozrnější počínající rozpad, ale stále ještě popuštěný martenzit.



Obr. 33: Vzorek G při zvětšení 200x.

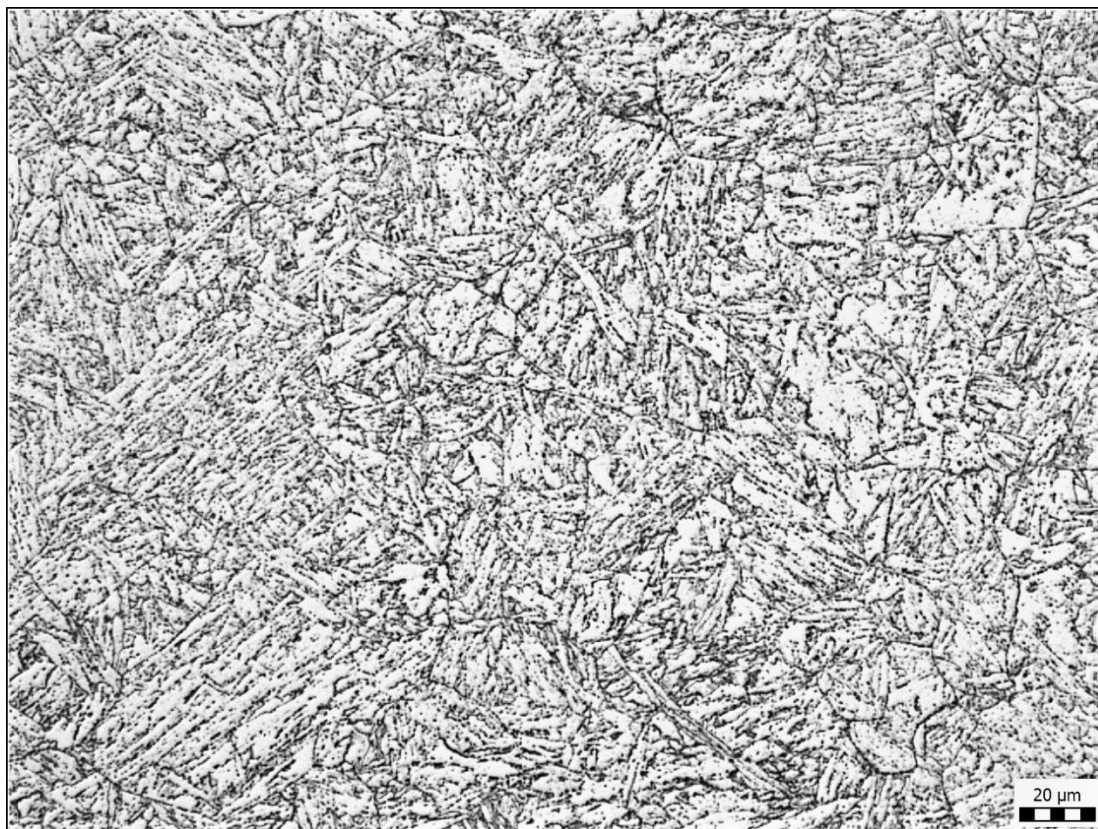


Obr. 34: Vzorek G při zvětšení 1000x.

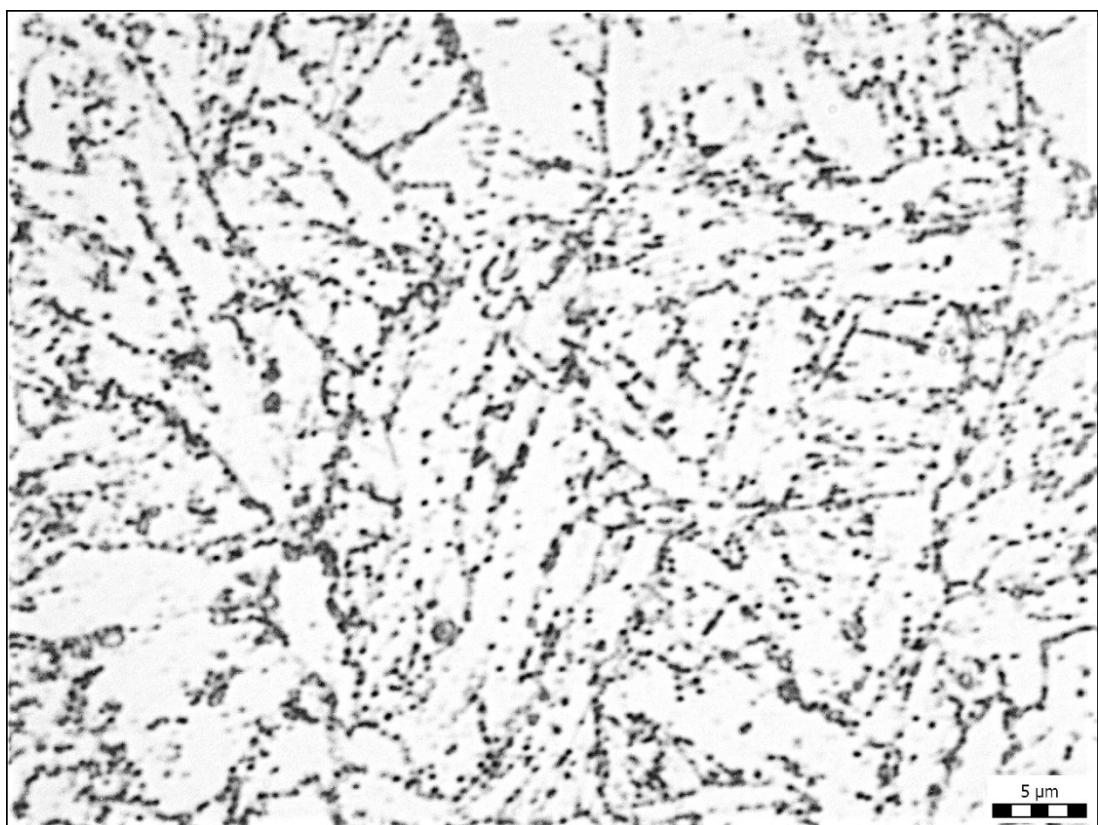


## 8) Vzorek H:

Minimální množství karbidu, jemnozrnější popuštěný martenzit.



Obr. 35: Vzorek H při zvětšení 200x.

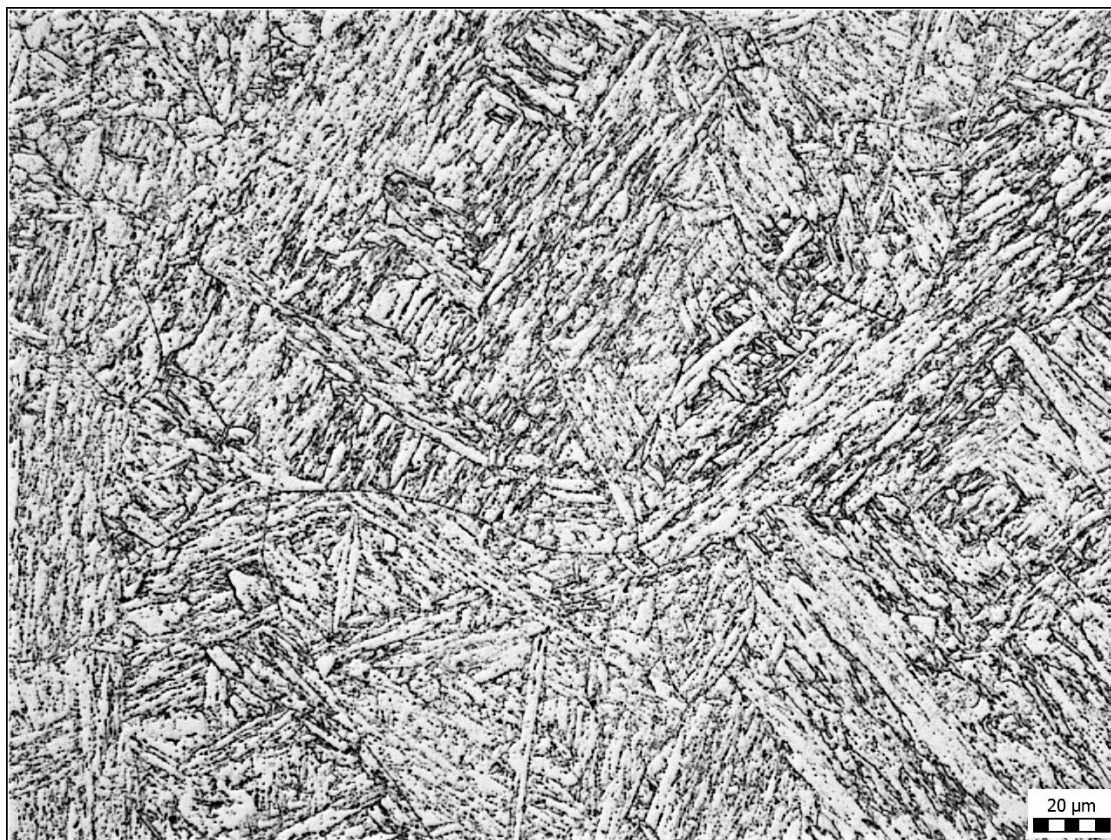


Obr. 36: Vzorek H při zvětšení 1000x.

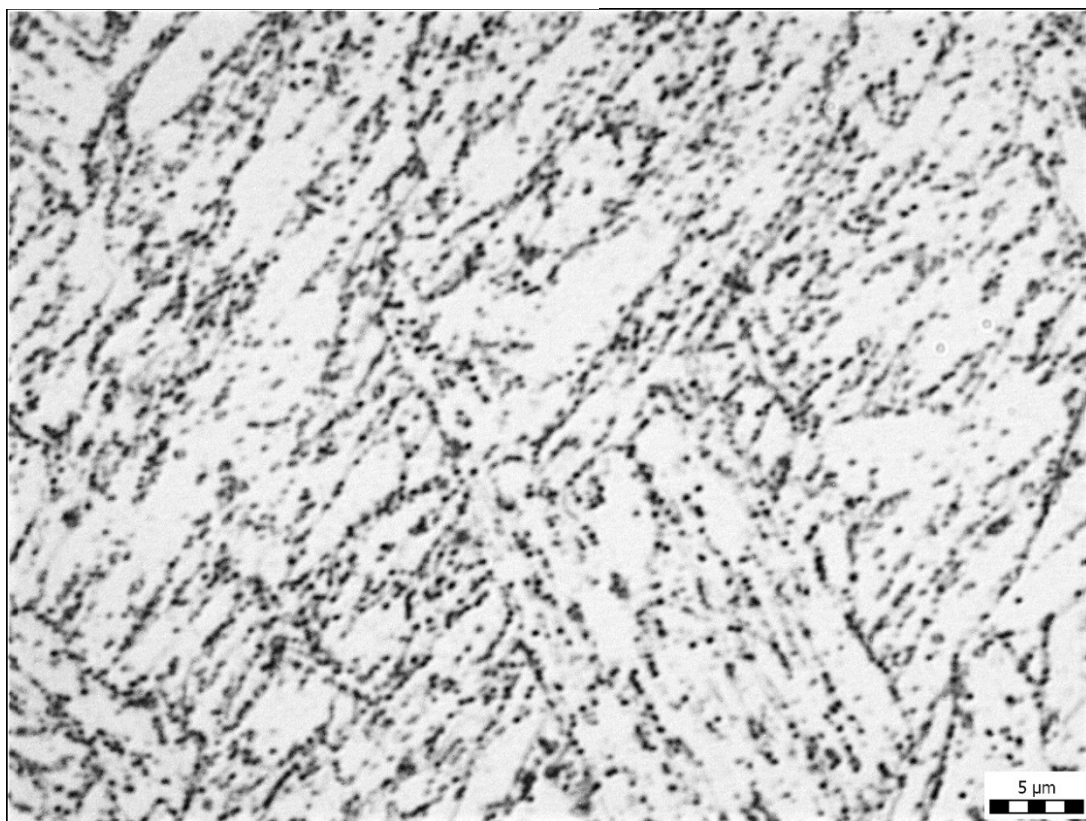


## 9) Vzorek I:

Hrubozrnější martenzitická struktura popuštěného martenzitu



Obr. 37: Vzorek I při zvětšení 200x.

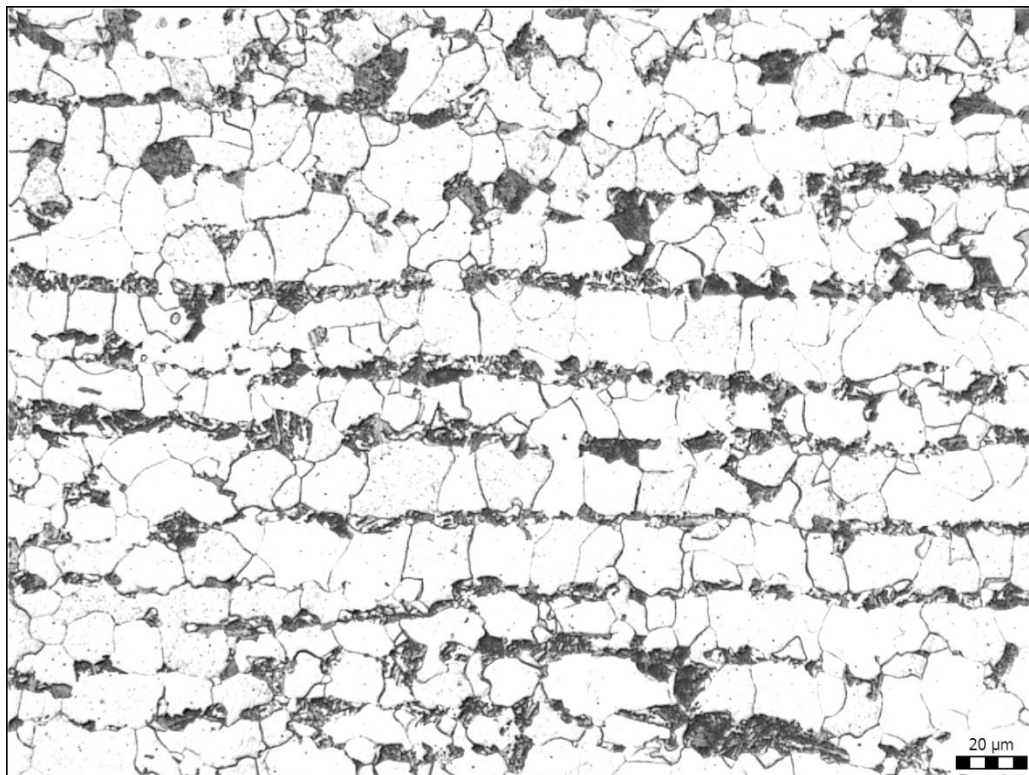


Obr. 38: Vzorek I při zvětšení 1000x.

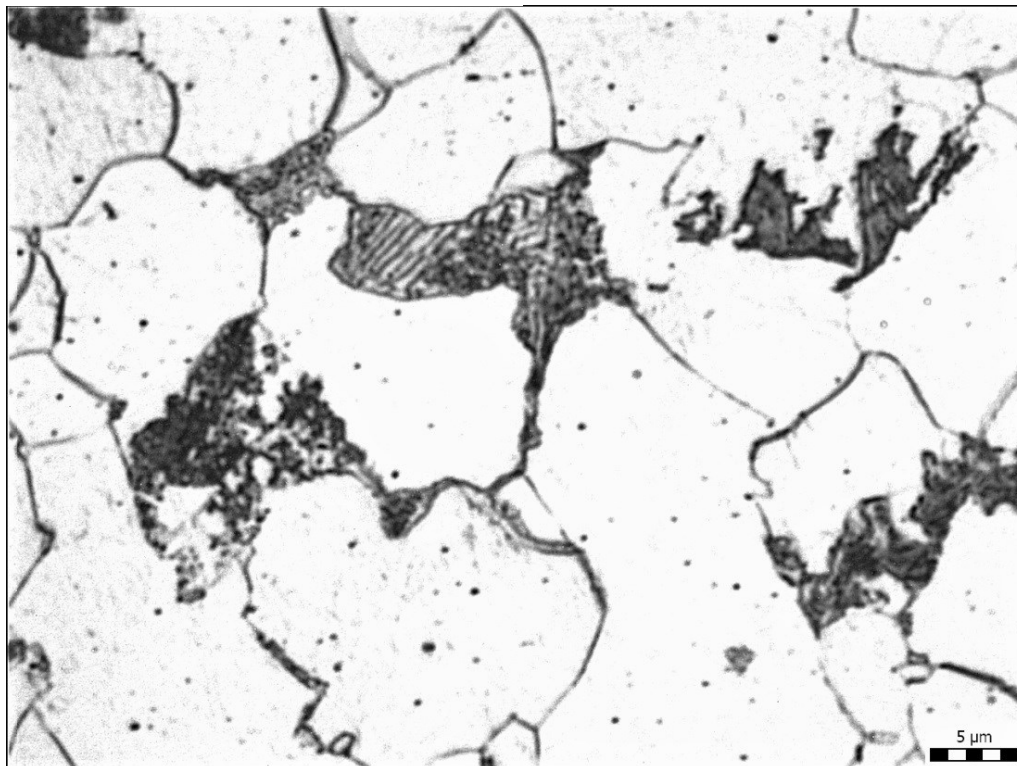


## 10) Vzorek J:

Zde se zřejmě jedná o záměnu vzorku. Nejedná se totiž o martenzitickou strukturu, která by odpovídala oceli P92, ale o perliticko-feriticko- bainitickou strukturu. Struktura je řádkovitá a perlit lamelární.



Obr. 39: Vzorek J při zvětšení 200x.

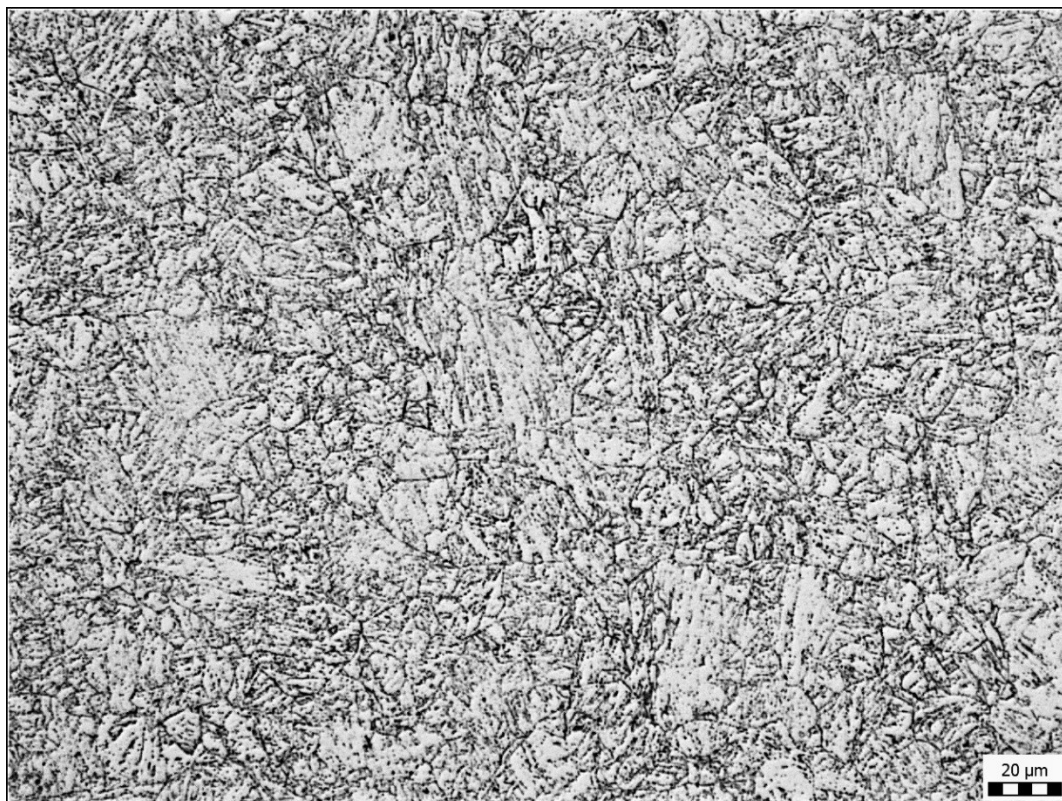


Obr. 40: Vzorek J při zvětšení 1000x.

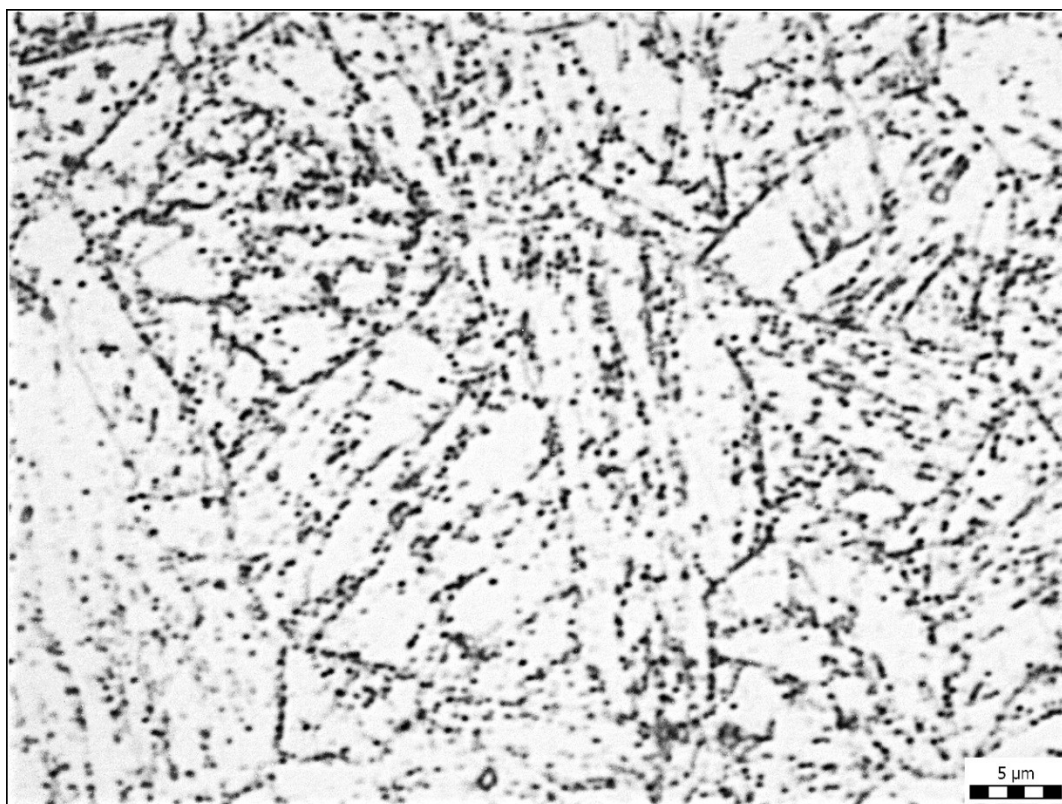


## 11) Vzorek K:

Mikrostruktura vzorku K je tvořena jemným popuštěným martenzitem.



Obr. 41: Vzorek K při zvětšení 200x.



Obr. 42: Vzorek K při zvětšení 1000x.



## 12) Vzorek L:

Zde můžeme vidět jemnozrnnou strukturu s  $\delta$  feritem v popuštěném martenzitu. (vyloučený převážně po hranicích zrn).



Obr. 43: Vzorek L při zvětšení 200x.



Obr. 44: Vzorek L při zvětšení 1000x.



### 9.3 Chemická analýza vzorků

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	Co	B	Pb	V	W	Zr	Al
	[hm. %]																
A	0,12	0,45	0,31	0,013	0,002	10,1	0,31	0,39	0,11	0,007	0,047	0,004	<0,001	0,16	1,65	<0,001	0,009
B	0,12	0,44	0,30	0,014	<0,001	9,1	0,32	0,41	0,11	0,007	0,047	0,005	<0,001	0,17	1,73	<0,001	0,009
C	0,10	0,56	0,36	0,011	<0,001	9,0	0,23	0,51	0,11	0,003	0,040	0,003	<0,001	0,17	1,52	<0,001	0,013
D	0,10	0,53	0,34	0,017	<0,001	8,8	0,22	0,52	0,10	0,005	0,043	0,004	<0,001	0,17	1,55	<0,001	0,013
E	0,09	0,53	0,34	0,015	<0,001	8,9	0,22	0,51	0,10	0,005	0,042	0,004	<0,001	0,17	1,55	<0,001	0,013
F	0,12	0,47	0,31	0,011	<0,001	9,2	0,32	0,40	0,11	0,005	0,045	0,005	<0,001	0,17	1,69	<0,001	0,009
G	0,12	0,45	0,30	0,013	<0,001	9,1	0,32	0,41	0,11	0,006	0,047	0,004	<0,001	0,17	1,71	<0,001	0,009
H	0,12	0,44	0,30	0,015	<0,001	9,1	0,32	0,41	0,11	0,006	0,048	0,005	<0,001	0,17	1,70	<0,001	0,010
I	0,12	0,45	0,30	0,014	<0,001	9,2	0,32	0,40	0,11	0,006	0,047	0,005	<0,001	0,17	1,70	<0,001	0,009
J	0,18	0,76	0,23	0,015	0,005	0,057	0,058	0,27	0,14	0,003	0,002	<0,001	0,001	<0,001	<0,001	0,005	0,031
K	0,10	0,51	0,34	0,016	<0,001	9,38	0,35	0,50	0,11	0,007	0,042	0,005	<0,001	0,20	1,74	<0,001	0,008
L	0,10	0,51	0,33	0,020	0,001	8,91	0,23	0,53	0,11	0,006	0,045	0,004	<0,001	0,18	1,58	<0,001	0,013

Chemická analýza byla provedena na katedře chemie, FMFI, VŠB- TUO metodou GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spektrometry – optická emisní spektrometrie s doutnavým výbojem) na spektrometru Spectruma. Na základě měření bylo možno přiřadit tavbu k neoznačeným vzorkům, jednalo se o vzorky F, G, H, I a L viz. tabulka 5, modře zvýrazněné čísla taveb. Chemická analýza dále potvrdila, že vzorek označený písmenem J není z materiálu P92. Srovnáním s databází Lexikon kovů je zřejmé, že se jedná o ocel 16Mo3.

### 9.4 Zkoušky tvrdosti

Zkoušky tvrdosti se prováděly na testovacím tvrdoměru Vickers LV700 od firmy LECO (obr. 45), kde se nastavily potřebné parametry (obr. 47) pro měření tvrdosti HV -30 a následně se prováděly jednotlivé vpichy. Na obr. 46 lze vidět přiblížení vpichu. Bylo provedeno náhodně 5 vpichů na různých místech každého vzorku (obr.18).

Tabulka 6: Hodnoty zkoušek tvrdosti

VZOREK	Měření 1 [HV]	Měření 2 [HV]	Měření 3 [HV]	Měření 4 [HV]	Měření 5 [HV]	Ø [HV]	R <sub>m</sub> [MPa]
A	213,8	214,3	212,6	216,9	212,9	214,1	651
B	161,5	163,0	163,8	162,4	162,3	162,6	544
C	206,4	201,4	210,9	201,8	207,4	205,6	651
D	151,5	152,2	149,2	149,8	151,1	150,8	503
E	154,3	152,0	156,4	155,1	152,0	154,0	503
F	158,0	156,9	156,7	156,9	158,6	157,4	544
G	192,1	196,2	196,1	195,5	192,8	194,5	< 651
H	217,0	216,9	217,7	217,3	216,1	217,0	651
I	216,6	217,9	217,4	217,9	216,0	217,2	651
J	172,2	151,2	148,7	143,7	152,4	153,6	503
K	235,3	238,7	234,6	236,9	235,1	236,1	716
L	225,5	225,0	221,8	226,3	227,9	225,3	683

V posledním sloupci lze vidět převod hodnot tvrdosti na pevnost dle normy ČSN EN ISO 18265. Kritérium pro mez pevnosti oceli P92 dle normy ČSN EN 10206-2 je 620-850 MPa. Tomuto kritériu vyhovují vzorky A, C, G, H, I, K, a L. Tyto vzorky odpovídají i z hlediska mikrostruktury zušlechtěnému stavu oceli P92, tedy tepelnému zpracování na jakost.



obr. 45: Tvrdoměr Vickers LV700



obr. 46: Provedení vpichu do vzorku



obr. 47: Nastavení parametrů tvrdoměru

### 10 Shrnutí dosažených výsledků:

Podle dosažených výsledků mikrostrukturní analýzy a zkoušek tvrdosti lze říci:

Vzorky B, D, E, F byly nejspíše žíhány na měkko, což bylo prokázáno právě na zkouškách tvrdosti, které jen potvrdily mikrostrukturní analýzu daných vzorků, kde byl pozorován buď úplný rozpad martenzitu na rovnoměrnou karbidicko-feritickou strukturu (vzorek B a D) nebo byla pozorována hrubozrnější rozpadlá struktura popuštěného martenzitu (vzorky E a F). Tudíž lze říct, že tyto vzorky nejsou vhodné pro další použití pro komponenty tepelných elektráren. Materiál v tomto stavu mikrostruktury se vyznačuje nízkou úrovní žárovevnosti a během provozu by mohlo dojít k předčasnému porušení komponenty.

Vzorky A, C, G, H, I, K, naopak splnily předpoklad, aby mohly být použity dále do výroby komponent pro tepelné elektrárny. Jejich mikrostrukturní analýza ukázala, že se jedná o jemnozrnnou nebo hrubozrnnou strukturu popuštěného martenzitu, která odpovídá tepelnému zpracování na jakost. Tomu odpovídají i dosažené tvrdosti.

Vzorek L ukázal, že jeho struktura byla tvořena popuštěným martenzitem s vysokým obsahem  $\delta$ -feritu, který byl vyloučený převážně po hranicích zrn. Ocel P92 s takto vysokým obsahem  $\delta$ -feritu rovněž není vhodná pro další použití.

U vzorku J se ukázalo, že se jednalo o zcela jiný materiál, což potvrdila analýza chemického složení, a také zkouška tvrdosti a mikrostrukturní analýza, která ukázala, že se jedná o perliticko-feriticko-bainitickou strukturu. Pravděpodobně se jedná o nízkolegovanou žárovevnou ocel 16Mo3.

### 11 Závěr

Ocel P92 je materiálem vhodným pro stavbu nadkritických bloků tepelných elektráren s max. provozními parametry 600°C a nad 26 MPa. Tato ocel se vyznačuje vysokými žárupevnými vlastnostmi, avšak její technologické zpracování doprovází značné problémy, z tohoto důvodů stále probíhá výzkum a vývoj této oceli.

Tato bakalářská práce měla za cíl poskytnout základní informace o oceli P92, včetně jejího tepelného zpracování, a také informace o metalografických metodách. Cílem experimentální části bylo provést základní rozbor stavu dostupných vzorků a jejich rozřídění. Vzorky vyhodnocené jako jakostní budou použity pro další výzkum a jím odpovídající polotovary mohou být následně použity pro výrobu komponent pro nadkritické bloky tepelných elektráren.

## **PODĚKOVÁNÍ**

Děkuji vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Petru Mohylovi, Ph.D. za vedení, konzultace, cenné rady a připomínky při vypracování mé bakalářské práce.

### SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY:

- [1] KOUKAL, J.; ZMYDLENÝ, T. *Svařování I.*, VŠB – TU OSTRAVA, 2009. ISBN 978-80-248-0870-3
- [2] SBORNÍK PŘEDNÁŠEK. *Nové materiály technologie a zařízení pro svařování:10. ročník odborného semináře.*, VŠB-TU OSTRAVA 2007. ISBN 978-80-248-1573-2
- [3] KOUKAL, J.; SCHWARZ, D.; HAJDÍK, J. *Materiály a jejich svařitelnost*, Český svářečský ústav; OSTRAVA, 2009. ISBN 978-80-248-2025-5
- [4] VODÁREK, V. *Metody studia struktury, učební text*, VŠB-TU OSTRAVA, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5
- [5] KOUKAL, J.; SCHWARZ, D.; SONDEL, M.; HAJDÍK, J. *Svařitelnost a vlastnosti svarových spojů, 9%Cr modifikovaných žárupevných oceli*, VŠB-TU OSTRAVA, 2011. ISBN 978-80-248-2474-1
- [6] PÍSEK, F.; JENÍČEK, L.; RYŠ, P. *Nauka o materiálu I., 2. rozšš. a přeprac.* Academia; Praha, 1966.
- [7] MARTÍNEK, P.. *MIKROSTRUKTURA A ŽÁROPEVNÉ VLASTNOSTI SVAROVÉHO SPOJE OCELI P92* [online]. 2009
- Dostupné z: [http://old.fst.zcu.cz/\\_files\\_web\\_FST/\\_SP\\_FST\(SVOC\)/\\_2009/\\_sbornik/PapersPdf/Ing/Martinek\\_Petr.pdf](http://old.fst.zcu.cz/_files_web_FST/_SP_FST(SVOC)/_2009/_sbornik/PapersPdf/Ing/Martinek_Petr.pdf)
- [8] RICHARDOT D.; VAILLANT, J – C.; ARBAB, A. BENEDICK, W, *The T92/P92 Book*. Edition V&M 2000
- [9] HAMERNÍK, J. *Úvod do metalografie* [online].
- Dostupné z: <http://jhamernik.sweb.cz/Metalografie.htm>
- [10] VODÁREK, V. *Hodnocení degradace ocelí pro tepelnou energetiku pomocí mikrostrukturních parametrů* [online]. 2009
- Dostupné z: <http://www.allforpower.cz/UserFiles/files/2009/hodnocen%C3%AD.pdf>



[11] AUTOR NEZNÁMÝ. *Světelná mikroskopie* [online].

Dostupné z:

<http://www.mtfda.szm.com/subory/defektoskopia2.pdf>

[12] HAMERNÍK, J. *Základy tepelného zpracování kovů* [online].

Dostupné z: [http://jhamernik.sweb.cz/tepelne\\_zpracovani.htm](http://jhamernik.sweb.cz/tepelne_zpracovani.htm)

[13] MOHYLA, P., HAVELKA, L., *Oceli pro nadkritické bloky tepelných elektráren a jejich svařitelnost* [online]. 2014

Dostupné z: <http://www.allforpower.cz/clanek/oceli-pro-nadkriticke-bloky-tepelnych-elektaren-a-jejich-svaritelnost/> , <http://www.allforpower.cz/UserFiles/file/flash.pdf>

[14] SVOBODOVÁ, M., *Aplikační omezení žárovevné oceli P92* [online]. 2009

Dostupné z: <http://www.allforpower.cz/clanek/aplikacni-omezeni-zarovevne-oceli-p92/>

[15] BOROVEC, Z., *Elektronová mikroskopie a elektronová difrakce*, UNIVERZITA KARLOVA V PRAZE, FAKULTA PŘÍRODOVĚDĚCKÁ, PRAHA 1985.

[16] ŽVAKOVA, N, MOHYLA, P, ZAPLETAL, J, PĚTROŠ, T, *Charakteristika, výroba a zpracování oceli P92*, 2007

[17] MAZANCOVÁ, E, *Technické materiály I., učební text*, VŠB-TU OSTRAVA, 2012, ISBN 978-80-248-2577-9

[18] KORECKÝ, J, *Tepelné zpracování kovů*, PRÁCE – VYDAVATELSTVO ROH, PRAHA 1952